



Universidad
Carlos III de Madrid

Caracterización de aceros nitrurados

Departamento de Ciencia de los Materiales e Ingeniería Química
Leganés, 2008

Moyano Cano, Javier

Supervisor académico: *Velasco López, Francisco Javier*

Empresa de acogida: *Tratamientos Térmicos Traterh S.A.
Cl Alcotanes 32, 28320 Pinto, España*

Índice.....	2
Objetivos.....	5
Capítulo 1 – Selección de aceros nitrurados.....	6
Capítulo 2 – Teoría del tratamiento termoquímico.....	7
2.1. Generalidades.....	7
2.2. Traslación difusiva de los átomos.....	8
Capítulo 3 – Nitruración gaseosa.....	11
3.1. Introducción.....	11
3.2. Historia de la nitruración.....	11
3.3. Diagrama de fases Fe – N.....	13
3.4. Mecanismo de endurecimiento por nitruración.....	15
3.5. Factores de aplicación.....	16
3.6. Nitruración de etapa simple y de doble etapa.....	18
3.7. Procedimientos operativos.....	22
3.8. Control de espesor de capa.....	26
3.9. Distorsión y cambios dimensionales.....	30
3.10. Equipamiento.....	33
3.11. Suministro de amoníaco.....	34
3.12. Control del proceso de nitruración gaseosa.....	34
3.13. Control del proceso de nitrocarburoción.....	37
3.14. Sobresaturación del hierro con N y sus consecuencias.....	40
3.15. Problemas más comunes en la nitruración.....	44
3.16. La nitruración de los aceros inoxidables.....	45
3.17. Inspección y control de calidad.....	46
3.18. Ventajas de la nitruración.....	47
Capítulo 4 – Otros tratamientos.....	49
4.1. Sulfinizado SurSulf.....	49
4.2. Nitruración a presión.....	50
4.3. Nitruración brillante (Bright Nitriding).....	50
4.4. Nitruración sólida.....	51
4.5. Nitruración iónica (por plasma).....	51
Capítulo 5 – Ensayos realizados.....	55
5.1. Metodología.....	55
Pasos a seguir en el montaje de probetas.....	56
Pasos a seguir en el ataque químico.....	59
Pasos a seguir en el ensayo de fricción.....	60
5.2. Ensayo de niebla salina.....	61
Estado original.....	63
Análisis transcurridas 2 horas.....	70
Análisis transcurridas 6 horas.....	71
Análisis transcurridas 24 horas.....	76
Análisis transcurridas 48 horas.....	81
Análisis transcurridas 134 horas.....	86
Análisis transcurridas 168 horas.....	91
Análisis transcurridas 240 horas.....	95
5.3. Ensayos de microdureza.....	99
Análisis de acuerdo al acero tratado.....	99
Análisis de acuerdo al tratamiento empleado.....	101
5.4. Ensayos de fricción y su relación con la dureza superficial.....	104
Nitrocarburoción NC Sin.....	104

Nitruración N t↑T↓.....	107
Sulfinizado SurSulf.....	109
Nitrocarburación NC 1.....	112
Nitrocarburación NC 2.....	114
Cementación.....	117
Temple en aceite.....	117
Dureza vs. Pérdida de masa (tipo de acero).....	118
Dureza vs. Pérdida de masa(tipo de tratamiento).....	122
5.5. Análisis microestructural.....	126
Nitrocarburación NC 1.....	126
Nitrucarburación NC Sin.....	136
Nitruración N t↑T↓.....	143
Sulfinizado S.....	151
Nitrocarburación NC 2.....	156
Carbonitruración.....	165
Capítulo 6 – Resumen, Conclusiones y Recomendaciones.....	167
6.1. Resumen.....	167
6.2. Conclusiones.....	168
6.3. Recomendaciones.....	169
Anexo de durezas.....	171
Bibliografía.....	175

Objetivos

Con el presente estudio se pretende:

- Conocer mejor las técnicas de nitruración, así como las principales variables de las que dependen.
- Caracterizar los aceros seleccionados una vez tratados.
- Comparar las características obtenidas por los aceros nitrurados con las características obtenidas por los mismos aceros bajo otros tratamientos de endurecimiento superficial, creando gráficos comparativos.
- Determinar si la utilización de aceros especiales de nitruración es decisiva para obtener unos buenos resultados, o si por el contrario pueden utilizarse aceros de menor coste y conseguir unas características aceptables.
- Comparar las propiedades de dureza y resistencia en la capa superficial de un acero apto, obtenidas mediante nitrocarburo (sin templar y revenir el acero previamente, con el ahorro de costes de operación que esto conlleva) y las obtenidas mediante una nitrocarburo corriente, con un temple y un revenido previo.
- Comparar la resistencia a la fricción de un acero nitrurado y un acero nitrocarburo frente al mismo acero sulfinizado, que según la teoría obtiene mejores coeficientes de fricción y una pérdida de masa menor.

Capítulo 1

Selección de aceros nitrurados

Los aceros seleccionados para el estudio lo fueron de acuerdo a su composición química, en primer lugar, y a su coste en segundo lugar. Se ha escogido el acero **F-155**, un acero al Cr-Mo, clasificado de cementación debido a su bajo contenido en carbono. El acero **F-125** también es un acero al Cr-Mo, tenaz, clasificado como acero aleado de gran resistencia. Estos dos aceros son muy similares en la composición, a excepción del contenido en carbono. Se comprobará si esta diferencia de composición es determinante en las propiedades obtenidas tras la nitruración y las nitrocarbuciones, y en definitiva en qué grado afecta el contenido en carbono en estas propiedades. El acero **F-114** está clasificado como acero al carbono semiduro, debido a su alto contenido en carbono dentro del grupo de los aceros al carbono. Este acero en general no es apto para el tratamiento de nitruración, pero dado que tiene un bajo coste merece la pena comparar los resultados que obtiene con las propiedades obtenidas por los demás aceros. El acero **F-174** es un acero clasificado como especial para nitrurar, debido a su contenido en aluminio y cromo, elementos formadores de nitruros. El acero **1.2344** está clasificado como acero herramienta debido a su contenido en vanadio y su alto contenido en cromo y molibdeno. Será interesante comprobar si el elevado contenido en cromo de este acero compensará de alguna manera su falta de aluminio en la composición, y si obtendrá medidas de dureza similares al acero de nitruración, que sí está aleado con aluminio.

A continuación se muestra la composición química de los aceros seleccionados:

	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni	V	Al	Cu
1.2344	0,35 - 0,42	0,8 - 1,2	0,25 - 0,5	0,03	0,02	4,8 - 5,5	1,2 - 1,5		0,85 - 1,15		
F-174	0,38 - 0,45	0,4	0,4 - 0,7	0,025	0,035	1,5 - 1,8	0,20 - 0,35			0,8 - 1,2	
F-155	0,16 - 0,20	0,20 - 0,30	0,60 - 0,90	0,025	0,025	1,05	0,15 - 0,25				
F-125	0,38 - 0,45	0,4	0,60 - 0,90	0,035	0,035	0,90 - 1,20	0,15 - 0,30				
F-114	0,4 - 0,5	0,15 - 0,3	0,4 - 0,7	0,04	0,04						

Tabla 1: Composición química de los aceros seleccionados.

Capítulo 2

Teoría del tratamiento termoquímico

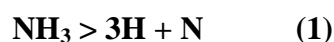
2.1. Generalidades

El tratamiento termoquímico, comparado con un simple tratamiento térmico como puede ser un temple superficial, tiene ciertas peculiaridades y ventajas:

- No depende de la forma exterior de las piezas. Pueden tratarse con igual eficacia piezas de formas simples o complejas, obteniéndose en toda la superficie una capa endurecida del mismo espesor. En cambio, en el temple superficial tiene mucha importancia la forma exterior de las piezas, por lo que muchas de las que se emplean en la maquinaria, debido a su forma complicada, no pueden someterse a dicho temple.
- La diferencia entre propiedades del núcleo y de superficie es mayor en este caso que la diferencia que se consigue con el temple superficial. Cuando se efectúa un tratamiento termoquímico, la diversidad y propiedades están determinadas por la diferencia de estructura y de composición. Por el contrario, cuando se efectúa un temple superficial, lo están únicamente por la diferencia de estructura.
- Las consecuencias del sobrecalentamiento de la superficie pueden subsanarse en el tratamiento térmico siguiente, mientras que en el caso del temple superficial es imposible eliminar dichas consecuencias, puesto que el temple es la última operación.

Por lo general, la pieza que se somete a un tratamiento termoquímico se coloca en un medio rico en un elemento que se difunde en el metal. Si el medio es gaseoso (el caso más frecuente), durante el tratamiento termoquímico se desarrollan tres procesos elementales.

- **Disociación:** Este primer proceso se efectúa en el medio gaseoso y consiste en la descomposición de las moléculas y en la formación de átomos activos del elemento que se difunde. Por ejemplo:



El grado de descomposición de las moléculas del gas, medido en %, se llama grado de disociación.

- **Absorción:** El segundo proceso se desarrolla en el límite gas-metal y consiste en la absorción de los átomos libres por parte de la superficie del metal. Este proceso sólo es posible si el elemento soluble **B** es apto para disolverse en el metal básico **A**.

- **Difusión:** El tercer proceso consiste en la penetración del elemento saturador en el metal.

Como resultado se forma una capa de difusión en cuya superficie es máxima la concentración del elemento que se difunde. A medida que uno se aleja de dicha superficie, la concentración descende, siendo la profundidad de penetración el espesor de la capa obtenida. Así ocurre si el elemento que se difunde forma con el metal un sistema de soluciones sólidas continuas. Pero si el elemento saturador **B** forma con el metal **A** un sistema de aleaciones con solubilidad limitada y con compuestos químicos, la estructura de la capa estará determinada por el corte isotérmico del diagrama de estado de este sistema a la temperatura de saturación por difusión.

Hay dos tipos de traslación difusiva de los átomos en los metales: la **autodifusión**, en la que los átomos del metal básico se desplazan dentro de su propia red cristalina y la **heterodifusión**, en la que se trasladan átomos ajenos (disueltos) dentro de una red cristalina extraña. En el primer caso, como resultado del movimiento térmico caótico, algunos átomos del metal básico cambian de sitio de vez en cuando dentro de la red cristalina, saltando de una posición a otra. Este proceso de traslación de átomos homogéneos se desarrolla continuamente, es caótico por su dirección y no varía con la concentración. En el segundo caso, la traslación de los átomos ajenos se dirige de los puntos de alta concentración a los de baja. Este proceso se realiza espontáneamente, ya que el estado de concentración irregular posee más energía libre que el estado en el que los átomos disueltos se hallan distribuidos uniformemente. Si la concentración de la solución se equilibra, la heterodifusión, de un modo semejante a la autodifusión, se hace caótica por su dirección. Se conocen casos de difusión ascendentes, de los puntos de baja concentración a los de alta. En este caso existen motivos especiales para este proceso (por lo general la distribución irregular de un tercer elemento que se difunde lentamente o una distribución irregular de las tensiones), que también se basa en la tendencia del sistema a la disminución de la energía libre.

2.2. Traslación difusiva de los átomos

En toda sustancia existe una fluctuación de las oscilaciones térmicas, a consecuencia de la cual algunos átomos adquieren una energía mucho mayor que el nivel medio de energía de los átomos caracterizado por la temperatura del cuerpo dado. Estos átomos pueden abandonar las posiciones de equilibrio en los nudos de la red y trasladarse por espacios internodales (intersticios), dejando en dichos nudos puestos libres.

El átomo que se encuentra en un intersticio de la red se llama *dislocado*, y el nudo de la red cristalina que no está ocupado por un átomo se llama *hueco*. Para los

átomos que se encuentran alrededor de un *hueco* o de un átomo *dislocado* se altera la uniformidad del cerco de átomos vecinos, en comparación con las zonas sin defectos en la red. Como resultado, alrededor del *hueco* o del átomo *dislocado* aparece un campo de deformaciones elásticas de la red cristalina.

El mecanismo hipotético de la heterodifusión, que es análogo al de la autodifusión, fue descrito por Y.I. Frenkel y hoy es generalmente admitido. Si en las inmediaciones del átomo **A** hay un hueco, aquél puede trasladarse fácilmente desde su puesto al hueco; el lugar del átomo **A** lo ocupará el **B**; el del **B** el **C** y así sucesivamente. Al mismo tiempo que se desplazan los átomos, ocurre algo parecido a una traslación del *hueco*. El proceso de la heterodifusión conviene definirlo como una traslación de átomos ajenos, y el proceso de autodifusión, como un desplazamiento de *huecos*.

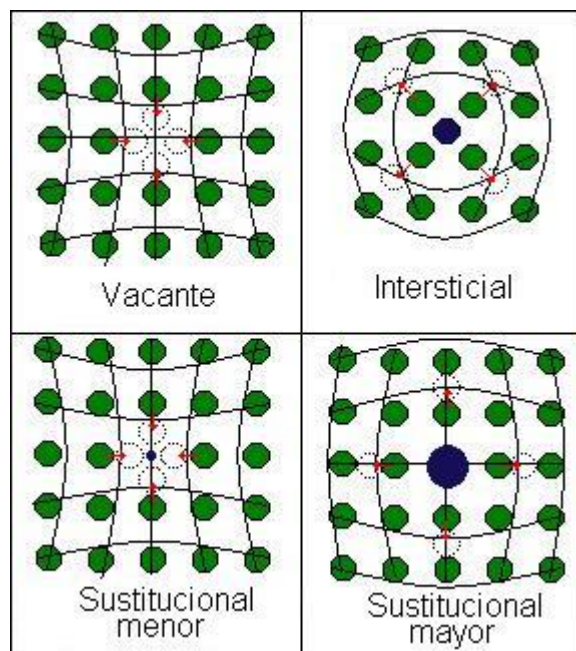


Figura 1: Deformaciones de la red.

Para que el átomo **A** pase de la posición inicial al *hueco* contiguo, debe ocupar previamente una posición en el intersticio. El trabajo necesario para arrancar el átomo de la posición regular se llama energía de activación y es la característica más importante de la aptitud de los átomos para trasladarse. Esta magnitud no depende de la temperatura, sino que está determinada por la naturaleza de la sustancia. Además del mecanismo de los *huecos* son posibles otros procesos de difusión, como, por ejemplo, la traslación del átomo dislocado de un intersticio a otros (hasta que llegue a un *hueco* y se estabilice) o el intercambio directo de dos átomos vecinos. El mecanismo de los *huecos* es el más fácil de realizar.

La influencia de la temperatura que acelera mucho los procesos de difusión, se debe a que al elevarse aquélla aumentan las oscilaciones térmicas y en virtud de esto crece el número de *huecos* que hay en la red.

El proceso de difusión se caracteriza cualitativamente por el llamado coeficiente de difusión D , que numéricamente es igual a la cantidad de sustancia que se difunde a través de una superficie de 1 cm^2 , durante 1 segundo, cuando la diferencia de

concentración a ambos lados de ella es igual a la unidad (0 y 100 % de la sustancia **B**); tiene las dimensiones de centímetro cuadrado por segundo (cm^2/s).

La dependencia de **D** con respecto a la temperatura se expresa por la ecuación

$$D_e = A_e^{-\frac{Q}{RT}} \quad (2)$$

donde **A** es un coeficiente que depende de la red cristalina;

Q, la energía de activación;
e, la base de los logaritmos naturales;
R, la constante de los gases y
T, la temperatura absoluta.

Como **R** y **Q** no dependen de la temperatura, para una sustancia dada el coeficiente aumenta mucho al elevarse la temperatura, y en coordenadas **log D** y **1/T**, esta dependencia se representa por una línea recta.

De la ecuación (2) se deduce que el coeficiente de difusión de distintas sustancias depende extraordinariamente de la energía de activación; cuanto mayor sea **Q**, tanto más bruscamente disminuirá **D**.

En las soluciones sólidas de inserción el proceso de difusión es más fácil, porque no hace falta sacar el átomo (ión) de soluto a una posición irregular, por lo cual la energía de activación es menor que cuando se forman soluciones sólidas de sustitución.

El tiempo que dura el proceso de tratamiento termoquímico viene determinado por la profundidad de la capa de difusión que hay que obtener.

Cuando son constantes los parámetros del proceso (temperatura y otros), el aumento de la profundidad de la capa (**y**) con el tiempo (**t**) obedece una ley parabólica.

Capítulo 3

Nitruración gaseosa

3.1. Introducción

La nitruración es un procedimiento de endurecimiento superficial en el que por absorción de nitrógeno, se consiguen durezas extraordinarias en la periferia de las piezas de acero. Los objetos que se desean nitrurar son simplemente templados y revenidos antes de la nitruración, para que el núcleo central quede con una resistencia elevada y sea capaz de resistir, durante el trabajo, las grandes presiones que le transmitirá la capa exterior dura.

Como después de la nitruración quedan ya duras superficialmente, no es necesario enfriarlas rápidamente desde elevada temperatura, después de estar completamente mecanizadas, como se hace en la cementación, evitándose, por tanto, las deformaciones que en esos enfriamientos se originan. Además, la nitruración no modifica las características que se han obtenido previamente en el núcleo por temple y revenido, siempre que este último se haya hecho a temperatura superior a la de la nitruración, que suele estar entre los 495 °C y los 565 °C para cualquier acero.

Por ser la temperatura de nitruración relativamente baja, no hay aumento de tamaño del grano y tampoco es necesario someter a las piezas nitruradas a ningún tratamiento de regeneración posterior. Además, con este tratamiento se pueden conseguir durezas muy superiores a las que se obtienen en la cementación.

3.2. Historia de la nitruración

La acción endurecedora que el nitrógeno ejerce sobre el hierro y los aceros fue descubierta por Fermi hacia el año 1861, cuando experimentaba la acción del amoníaco sobre piezas de acero calentadas a elevadas temperaturas.

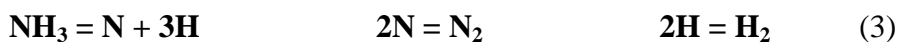
A pesar del gran interés que parecía tener el proceso, pasaron muchos años sin que este método se pudiera aplicar industrialmente con éxito, debido a la fragilidad con la que quedaba la capa superficial dura de los aceros nitrurados.

En 1905, el francés Hjalmar Braune anunció que en sus trabajos había descubierto la existencia de un eutectoide, parecido a la perlita, formado por hierro y nitruro de hierro Fe_4N en las capas frágiles de los aceros nitrurados. A este eutectoide se le llamó braunita en recuerdo de su descubridor.

Después de terminada la primera guerra europea, en el año 1923, el doctor Fry de la casa Krupp, descubrió que el problema de fragilidad de la capa exterior de las piezas nitruradas podía ser resuelto empleando una temperatura de nitruración relativamente baja (unos 500 °C aproximadamente) y con el uso de aceros aleados con aluminio, cromo y molibdeno en lugar de aceros ordinarios al carbono. Si se realiza el proceso a temperaturas muy próximas a 500 °C no aparece braunita en la capa superficial, como ocurre cuando el tratamiento se realiza a temperaturas elevadas y como normalmente se venía haciendo hasta que Fry realizó sus investigaciones. Estudiando con ayuda del microscopio la capa periférica de las piezas nitruradas se puede apreciar que, en general, ésta está formada por dos capas de aspecto diferente: una exterior blanca muy delgada y frágil, cuyo espesor suele variar entre los 0.05 y los 0.005 mm, y otra interior de mayor espesor, oscura, que es la verdaderamente importante. Se ha comprobado que esta última capa está formada por nitruros de elementos aleados, mientras que en la capa exterior blanca, además de los nitruros aleados aparece nitruro de hierro. La capa exterior blanca, generalmente de muy poco espesor, se considera perjudicial para algunas aplicaciones y su aparición debe evitarse en estos casos, siendo en cambio la capa interna de mayor espesor formada por los nitruros de aluminio, cromo y molibdeno la de mayor interés en el proceso y la verdaderamente fundamental. Si se desea, la capa exterior blanca generalmente queda eliminada cuando a las piezas se les da un ligero rectificado.

En los procesos industriales esas capas duras periféricas se forman a la temperatura de nitruración (que como se ha dicho ronda los 500 °C) al entrar el nitrógeno atómico en contacto con la superficie del acero. El nitrógeno se difunde desde la superficie hacia el interior de las piezas de acero, formándose nitruros submicroscópicos en su zona periférica que, como se verá más adelante, son causantes del aumento de dureza.

El nitrógeno que se emplea en el proceso proviene del amoníaco que, al adquirir una elevada temperatura en contacto con el acero caliente, el cual además actúa como catalizador, se disocia en nitrógeno e hidrógeno atómicos produciéndose las siguientes reacciones:



siendo el nitrógeno atómico el agente fundamental en la nitruración

Únicamente una pequeña proporción del nitrógeno reacciona con el acero, transformándose rápidamente el resto en nitrógeno molecular inerte. El hidrógeno también se encuentra en los primeros momentos en estado atómico, pasando rápidamente al estado molecular.

3.3. Diagrama de fases Fe – N

En general, es muy difícil el estudio metalográfico de las piezas de aceros aleados nitrurados a temperatura corriente (500 °C aprox.), por ser generalmente de tamaño submicroscópico los nitruros que se forman en el proceso. En el diagrama **Fe - N** se señalan los principales constituyentes que pueden aparecer, determinados en su mayor parte nitrurando los aceros a temperaturas mucho más elevadas de lo normal, ya que ello facilita su estudio.

En el diagrama **Fe - N** preparado inicialmente por Fry y corregido luego por Eisenhut, Kaupp y Cohrer, se señalan las zonas de equilibrio de los constituyentes formados por el hierro y el nitrógeno.

Al estudiar con ayuda del microscopio los aceros al carbono nitrurados a temperatura elevada (muy superior a las corrientes y recomendables), se observa la existencia de dos nitruros: uno **Fe₂N** (nitruro 1), que contiene un 11,3 % de nitrógeno, y otro **Fe₄N**, que contiene 5,8 % (nitruro 2). También se observa la presencia de un eutectoide con 2,35 % de nitrógeno, constituido por hierro alfa y nitruro 2 (fase γ), al que se conoce con el nombre de braunita.

A temperaturas inferiores a la eutectoide (590 °C), el porcentaje de nitrógeno que puede formar solución sólida con el hierro alfa es muy pequeño, variando desde un 0,42 % a 590 °C hasta un 0,001 % a la temperatura ambiente. En cambio, a temperaturas más elevadas, el hierro disuelve mayores cantidades de nitrógeno y se forman otros constituyentes. Además de las fases α y γ que se presentan normalmente en todos los aceros ordinarios, aquí aparece la fase γ' que cristaliza en el sistema cúbico y es estable sólo en una zona muy estrecha de entre un 5,6 y un 5,9 % de nitrógeno aproximadamente, y la fase ϵ que cristaliza en el sistema hexagonal y es estable para porcentajes de nitrógeno variables de entre un 8 y un 11,3 % aproximadamente.

Fry observó que nitrurando los aceros al carbono extradulces a temperaturas comprendidas entre los 700 y los 800 °C en una atmósfera de amoníaco, se obtenían capas relativamente duras, pero tan frágiles que el proceso no tenía aplicaciones industriales, y comprobó también que la principal causa de esa gran fragilidad era la aparición del constituyente eutectoide braunita (N = 2,35 %) que se forma cuando la nitruración se realiza a temperatura superior a 590 °C. En ese caso se llegan a alcanzar en el interior de las piezas de acero muy elevados porcentajes de nitrógeno, llegándose a veces hasta un 6 ó un 9 %. En una sección transversal de un hierro nitrurado a 600 °C (temperatura demasiado elevada), se observa que la capa periférica está constituida por los siguientes constituyentes: una zona exterior clara de nitruros **Fe₂N** y **Fe₄N**; otra oscura de braunita eutectoide; otra de carácter ferrítico o perlítico según sea el contenido en carbono del material que se nitrura, con un pequeño porcentaje de nitruro **Fe₄N** en los espacios intercristalinos del hierro alfa, y finalmente, la capa interior inalterada. Además, aparecen más o menos marcadas otras fases de transición que se pueden determinar con ayuda del diagrama **Fe - N**. De la periferia al centro pueden aparecer las siguientes fases: ϵ , $\epsilon + \gamma'$, γ' , $\gamma' + \alpha$ y α .

En sus experiencias, Fry no consiguió resultados satisfactorios con los aceros al carbono, pues obtenía durezas relativamente bajas y las capas nitruradas tenían poca

tenacidad. Más tarde, nitrurando aceros aleados alcanzó un gran éxito al descubrir la influencia decisiva del aluminio, cromo y molibdeno y al hallar ciertas composiciones con las que se obtienen capas nitruradas de extraordinaria dureza, bastante profundidad y buena tenacidad.

Por lo tanto, siguiendo el diagrama Fe – N se pueden distinguir las fases siguientes:

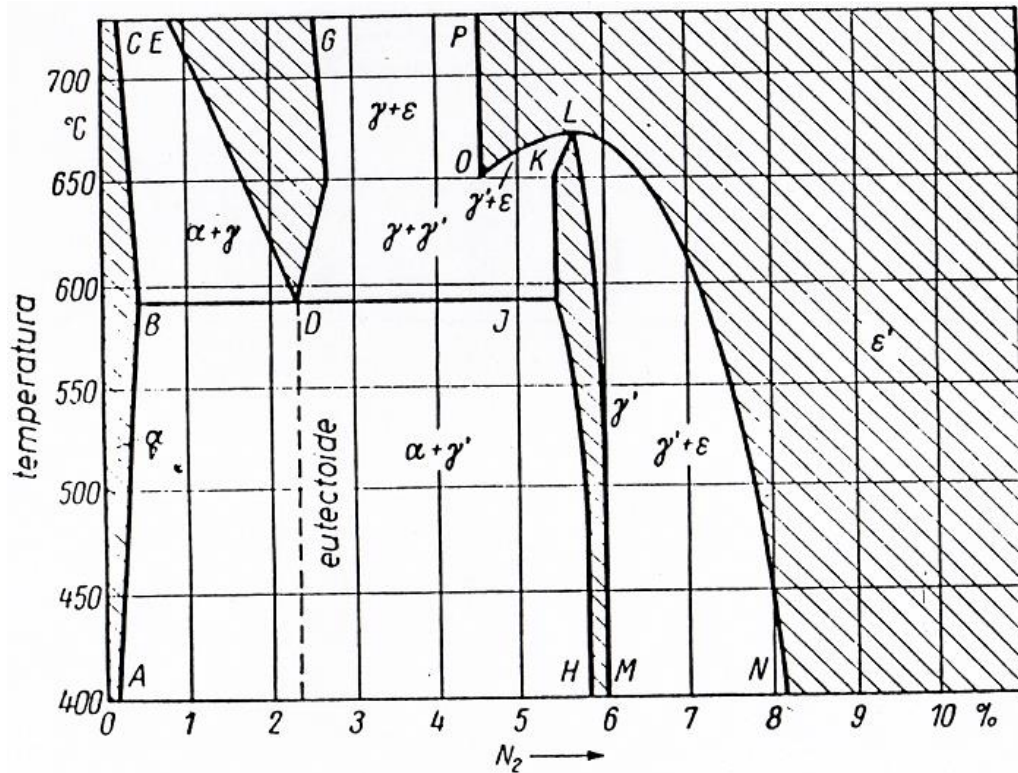


Figura 2: Diagramas de fases de Fe - N

- La **fase α** es la ferrita nitrogenada con una red cúbica centrada en el cuerpo y con periodos, según el contenido de nitrógeno, de 0,28664-0,2877 nm. La solubilidad del nitrógeno en el hierro α a la temperatura eutectoide no supera el 10 % descendiendo a la temperatura ambiente hasta el 0,004 %. La solubilidad de la fase α en nitrógeno es baja a temperatura de nitruración y prácticamente nula a temperatura ambiente.

- La **fase γ** es la austenita nitrogenada, tiene la red cúbica centrada en las caras ($a = 0,3613$ para 1,45 % de N y $a = 0,3648$ para el 2,79 % de N), la solubilidad máxima del nitrógeno en la fase γ es de 2,8 % a 560 °C. La fase γ sufre descomposición eutectoide $\gamma \rightarrow \alpha + \gamma'$.

- La **fase γ'** es la solución sólida a base de nitruro de hierro de Fe_4N con la red cúbica centrada en las caras ($a = 0,3791$ -0,3801 nm) con una zona estrecha de homogeneidad de un 5,3-5,75 % de N (según otros datos, un 5,77-6,88 % de N); la fase γ' es estable sólo hasta 680 °C. A temperaturas más altas se forma la fase α. Su dureza es de 4 a 5 veces más alta que la del hierro puro ($\text{HV} \approx 800$).

- La **fase ε** es la solución sólida intersticial, la base de nitruro Fe_2N y Fe_3N (4,5-11,0 % de N), la red cristalina es hexagonal ($a = 0,270$ -0,2764 nm, $C = 0,433$ -0,441 nm,

dependiendo del contenido en nitrógeno). A 650 °C y con una concentración de nitrógeno de 4,5 % la fase ϵ sufre la descomposición eutectoide en las fases γ y γ' .

3.4. Mecanismo de endurecimiento por nitruración

Aunque en la actualidad no hay unanimidad absoluta en la interpretación de los fenómenos de endurecimiento que se producen en la nitruración, la teoría más admitida es la desarrollada por Fry y sus colaboradores, que señalan que la gran dureza de la capa nitrurada es debida a que el nitrógeno o los nitruros que se forman en el proceso originan una fuerte deformación de la red cristalina del acero situado en la zona periférica de las piezas, que es la causa directa del aumento de dureza.

Fry sugirió que el endurecimiento de los aceros cromo – aluminio es debido a la formación de nitruros de aleación, los cuales por ser insolubles en la ferrita son precipitados inmediatamente después de su formación en un estado de gran dispersión, y la deformación que ocasionan en la retícula cristalina es la que ocasiona el endurecimiento.

Es probable que el hierro actúe de portador, formándose primero el nitruro de hierro que es soluble en el hierro alfa (ferrita), el cual en estado de solución reacciona con los elementos aleados que también se encuentran disueltos en el hierro alfa. De esa manera se forman los nitruros aleados que, por ser insolubles en el hierro alfa, se precipitan inmediatamente, quedando en forma de partículas submicroscópicas muy dispersas que deforman la red y aumentan la dureza del acero.

El éxito de Fry al nitrurar aceros aleados a 500 °C se debe a que en las condiciones que él eligió para la operación, existían en el acero en solución sólida elementos aleados capaces de formar nitruros. Al difundirse hacia el interior el nitrógeno y reaccionar con esos elementos, se forman y precipitan nitruros de aluminio, cromo, molibdeno y vanadio que endurecen extraordinariamente la capa exterior.

La continua precipitación de nitruros aleados muy dispersos en la superficie de las piezas llega a saturar el acero formándose una barrera de nitruros que se opone a la penetración del nitrógeno hacia el interior. Una vez saturada la capa periférica, la velocidad de penetración depende de la posibilidad de que esta capa transmita el nitrógeno hacia el interior, siendo esa velocidad de penetración lenta, en especial en los aceros aleados. Este proceso de penetración del nitrógeno es muy diferente del de la cementación, donde el carbono a la temperatura del proceso se disuelve en el hierro gamma (austenita), y al encontrarse en solución en el acero es fácil su difusión hacia el interior. En la nitruración de aceros aleados la penetración a través de la red cristalina deformada por la presencia de los nitruros es difícil. En cambio, en los aceros al carbono, por disolverse los nitruros de hierro en la ferrita, no deforman la red y la penetración es más fácil. En la cementación, la penetración del carbono a elevada temperatura también es fácil, porque al disolverse el carbono en la austenita no hay tampoco deformación de la red y el carbono se introduce sin gran dificultad hacia el interior.

3.5. Factores de aplicación

Al no tener que templar el acero, con los cambios de volumen que ello supone, y las relativamente bajas temperaturas empleadas en este proceso, la nitruración de los aceros produce menos distorsión y deformación que la cementación u otro tratamiento de endurecimiento convencional. Como resultado de la nitruración se dan mínimos crecimientos en la pieza, siendo los cambios volumétricos relativamente pequeños.

Composición de los aceros nitrurables

Aunque a las temperaturas adecuadas todos los aceros son capaces de formar nitruros de hierro en presencia de nitrógeno atómico, los resultados de la nitruración son más favorables en aquellos aceros que contienen uno o más de los elementos aleantes formadores de nitruros.

Para la fabricación de piezas nitruradas se emplean aceros con porcentajes de carbono variables de entre un 0,20 y un 0,60 %, aleados con aluminio, cromo, vanadio, tungsteno o molibdeno, beneficiosos en la nitruración porque forman nitruros que son estables a las temperaturas de nitruración. Otros elementos aleantes como el níquel, el cobre, el silicio y el manganeso tienen poco si no ningún efecto en las características del acero nitrurado.

El contenido en carbono de todos estos aceros no influye en la dureza, ni en la profundidad de la capa nitrurada, utilizándose diversos porcentajes de acuerdo con las características mecánicas que se quieren obtener en el núcleo.

Hay que evitar en las piezas descarburaciones superficiales, eliminando por mecanizado las que hubiera antes de la nitruración, porque en las zonas donde el porcentaje de carbono es muy bajo, se forman capas con nitruros de hierro que son muy frágiles y pueden ocasionar el desconchado de las capas superficiales.

De los varios elementos aleados que se emplean, el aluminio es el más importante. Los aceros al aluminio (0,85 a un 1,50 % **Al**) producen los mejores resultados en términos de cantidad total de aleante, y proporcionan las durezas máximas. Sin embargo los aceros con aluminio deben ir siempre acompañado de otros elementos aleados para evitar que las capas nitruradas resulten demasiado frágiles.

El molibdeno aumenta también la dureza de la capa exterior, mejora la tenacidad del núcleo y evita la fragilidad que suelen presentar los aceros sin molibdeno al permanecer durante mucho tiempo a temperaturas próximas a 500 °C.

El cromo aumenta la profundidad de la capa dura e incrementa además la influencia del aluminio y del molibdeno. Los aceros al cromo pueden obtener resultados muy parecidos a los aceros al aluminio si el contenido en cromo es suficientemente alto.

El vanadio influye decisivamente en la profundidad de nitruración, aumentando el espesor de las capas duras.

Grupos de aceros más utilizados

- **Aceros cromo – aluminio – molibdeno:** Con 0,80 a 1,20 % de aluminio, 0,90 a 1,60 % de cromo y 0,20 % de molibdeno. Con estos aceros se consigue la máxima dureza superficial, que suele oscilar entre 1000 y 1100 Vickers.
- **Aceros altos en cromo con molibdeno y vanadio:** Aunque con estos aceros sólo se consiguen durezas comprendida entre 800 y 850 Vickers, esas durezas son todavía extraordinarias y las capas nitruradas son mucho más tenaces que las de los aceros con aluminio. El contenido en cromo es del 3%, en molibdeno del 0,40 a 1 % y en vanadio del 0 a 0,25 %. Ese elevado porcentaje de cromo aumenta ligeramente la profundidad de la capa nitrurada.
- **Aceros al cromo – molibdeno – vanadio:** Se obtienen durezas de 750 Vickers. El contenido en cromo es del 2 %, en molibdeno del 0,25 % y en vanadio del 0,15 %. La tenacidad de la capa nitrurada es mayor que en los casos anteriores.
- **Aceros cromo – molibdeno:** Son de menor dureza (650 Vickers) pero tienen la capa nitrurada más tenaz que los anteriores. Su contenido en cromo es del 1 % y en molibdeno del 1,20 %.

Debido a que los elementos aleados modifican el diagrama **Fe-N**, es posible emplear con todos estos aceros temperaturas de nitruración un poco más elevadas que las que corresponden a los aceros al carbono, sin peligro de que aparezca braunita en la capa periférica. La temperatura eutectoide se eleva en algunos aceros aleados hasta los 650 °C. También se nitruran los aceros austeníticos, cromo – níquel 14-14 para válvulas y los aceros inoxidable altos en cromo, para mejorar su resistencia al rozamiento.

Los aceros al carbono no aleados no son adecuados para la nitruración gaseosa porque forman una capa extremadamente frágil que salta fácilmente, y el incremento de dureza en la zona de difusión es pequeño.

Los aceros al aluminio producen una capa de mucha dureza y excelente resistencia al desgaste. Sin embargo, la capa nitrurada también tiene poca ductilidad, y esta limitación debe ser seriamente considerada a la hora de elegir un acero al aluminio. En contraste, los aceros al cromo de baja aleación forman una capa nitrurada de ductilidad considerablemente más elevada pero de menor dureza. No obstante, estos aceros ofrecen una resistencia al desgaste sustancial y buenas propiedades de antigripado.

Características mecánicas

La resistencia del núcleo central de las piezas nitruradas suele variar entre 75 y 135 Kg/mm², llegándose en algunas ocasiones hasta los 150 Kg/mm². Cuando interesan resistencias muy elevadas, hay que utilizar aceros con 0,40 a 0,50 de carbono, revenidos a 550 °C, y para bajas resistencias aceros de 0,20 a 0,30 % de carbono revenidos a 700 °C.

Ya se ha señalado anteriormente que la dureza superficial es variable y depende de la composición. Con los aceros al aluminio del primer grupo se alcanzan durezas de 1000 - 1100 Vickers. Con los aceros altos en cromo de 800 a 850 Vickers y con los cromo – molibdeno y cromo – vanadio, de 650 a 800 Vickers.

Numerosos investigadores han observado que las piezas nitruradas tienen una excepcional resistencia a la fatiga con poca sensibilidad a la influencia de las entallas. Esto parece que es debido a ciertos esfuerzos de compresión que se desarrollan en la superficie de las piezas, como consecuencia del aumento de volumen que experimentan después de la nitruración.

Tratamiento térmico previo

Todos los aceros susceptibles de ser endurecidos deben ser templados y revenidos antes de ser nitrurados. La temperatura de revenido debe ser suficientemente alta para garantizar la estabilidad estructural del acero a las temperaturas de nitruración; la temperatura mínima de revenido suele estar al menos 30 °C por encima de la máxima temperatura utilizada en la nitruración.

En ciertas aleaciones, como los aceros de las series 4100 y 4300, la dureza de la capa nitrurada depende de la dureza del núcleo; esto es, un descenso en la dureza del núcleo supone una bajada en la dureza de la capa nitrurada. Así, en aras de obtener la máxima dureza de capa, se provee a estos aceros de la máxima dureza de núcleo reviniéndolos a la mínima temperatura posible de revenido.

3.6. Nitruración de etapa simple y de doble etapa

Cuando se realiza un proceso de nitruración con amoníaco se puede nitrurar tanto mediante el método de etapa simple como con el de doble etapa. En el proceso de nitruración de etapa simple se usa una temperatura en el rango de los 495 a los 525 °C, y el ratio de disociación está entre el 15 y el 30 %. Este proceso produce una capa frágil rica en nitrógeno conocida como capa blanca en la superficie de la capa nitrurada.

El proceso de doble etapa, conocido también como *Proceso Floe*, tiene la ventaja de reducir el grosor de la capa blanca.

La primera etapa correspondiente al proceso de doble etapa es, excepto por su duración, una copia del proceso de etapa simple. En la segunda etapa se puede utilizar la temperatura empleada en la primera etapa, o se puede incrementar la temperatura hasta los 550 o 565 °C. Sin embargo, sea cual sea la temperatura utilizada, el ratio de disociación en la segunda etapa es incrementado hasta el 65 ó 80 % (preferiblemente entre el 75 y el 80 %). Generalmente, para obtener el alto porcentaje de disociación requerido en esta segunda etapa se suele usar un disociador de amoníaco externo.

El propósito principal de la nitruración de doble etapa es reducir el espesor de la capa blanca. Excepto en el descenso en la cantidad de amoníaco consumido por hora, no se saca ninguna ventaja en el uso de la nitruración de doble etapa, a menos que la cantidad de capa blanca producida en el proceso de etapa simple no sea admisible para el uso que van a tener las piezas, o a menos que se reduzca sustancialmente la cantidad de procesos de acabado necesarios tras la nitruración. En la *Figura 3* se compara la cantidad de capa blanca formada durante un ciclo de doble etapa de 25 horas con la cantidad de capa blanca formada en un proceso de etapa simple de 24 horas con el mismo material.

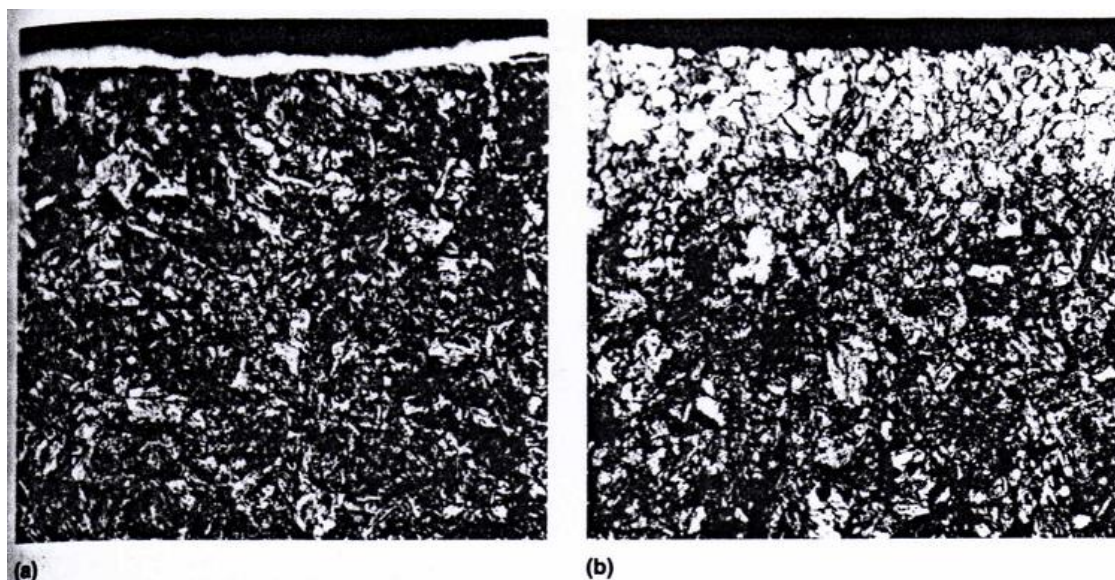


Figura 3: Microestructura de un acero 4140 templado y revenido después de, a) nitruración gaseosa durante 24 horas a 525 °C con una disociación del 20 – 30 % y b) nitruración gaseosa durante 5 horas a 525 °C con un 20 – 30 % de disociación seguido de una segunda etapa de 20 horas a 565 °C y un 75 – 80 % de disociación. Ambas piezas fueron templadas en aceite desde 845 °C, revenidas durante 2 horas a 620 °C y activados superficialmente con fosfato de magnesio antes de la nitruración. (a) Estructura tras una nitruración de etapa simple, con una capa blanca de entre 5 y 7,5 micras, (Fe₂N) nitruro de hierro y martensita revenida. (b) La alta disociación en la segunda etapa causa la ausencia de capa blanca, y la estructura final tiene una capa de nitruros difusos en una matriz de martensita revenida. Ambos atacados con Nital al 2 %. 400x.

La *Figura 4* muestra los efectos que tiene el tiempo de nitruración en la profundidad de capa desarrollada en un acero 4140 durante una nitruración de doble etapa a 525 °C para las dos etapas. El uso de una temperatura más elevada durante la segunda etapa hubiera producido una capa más gruesa pero de menor dureza.

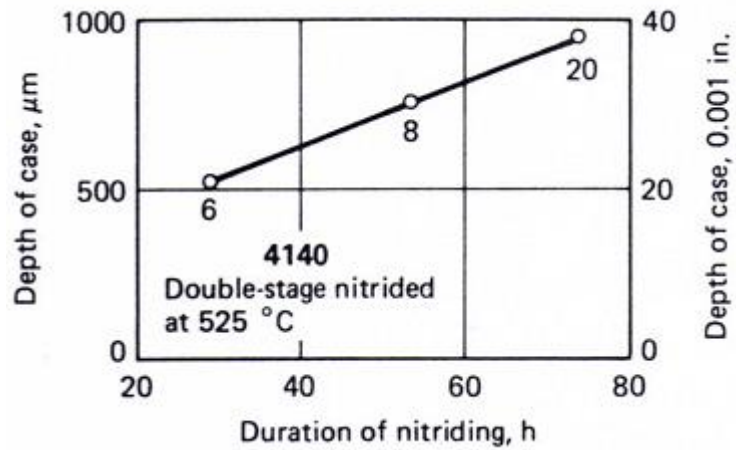


Figura 4: Profundidad de capa desarrollada en un acero 4140 durante una nitruración de doble etapa. Los números indican las horas de nitruración con un 15 – 25 % de disociación. El resto del ciclo a un 83 – 85 % de disociación.

Los gradientes de dureza obtenidos en una nitruración de doble etapa de un acero SAE 7140 se muestran en la *Figura 5*. Datos similares, para una nitruración de doble etapa de un acero AMS 6475 se muestran en la *Figura 6*.

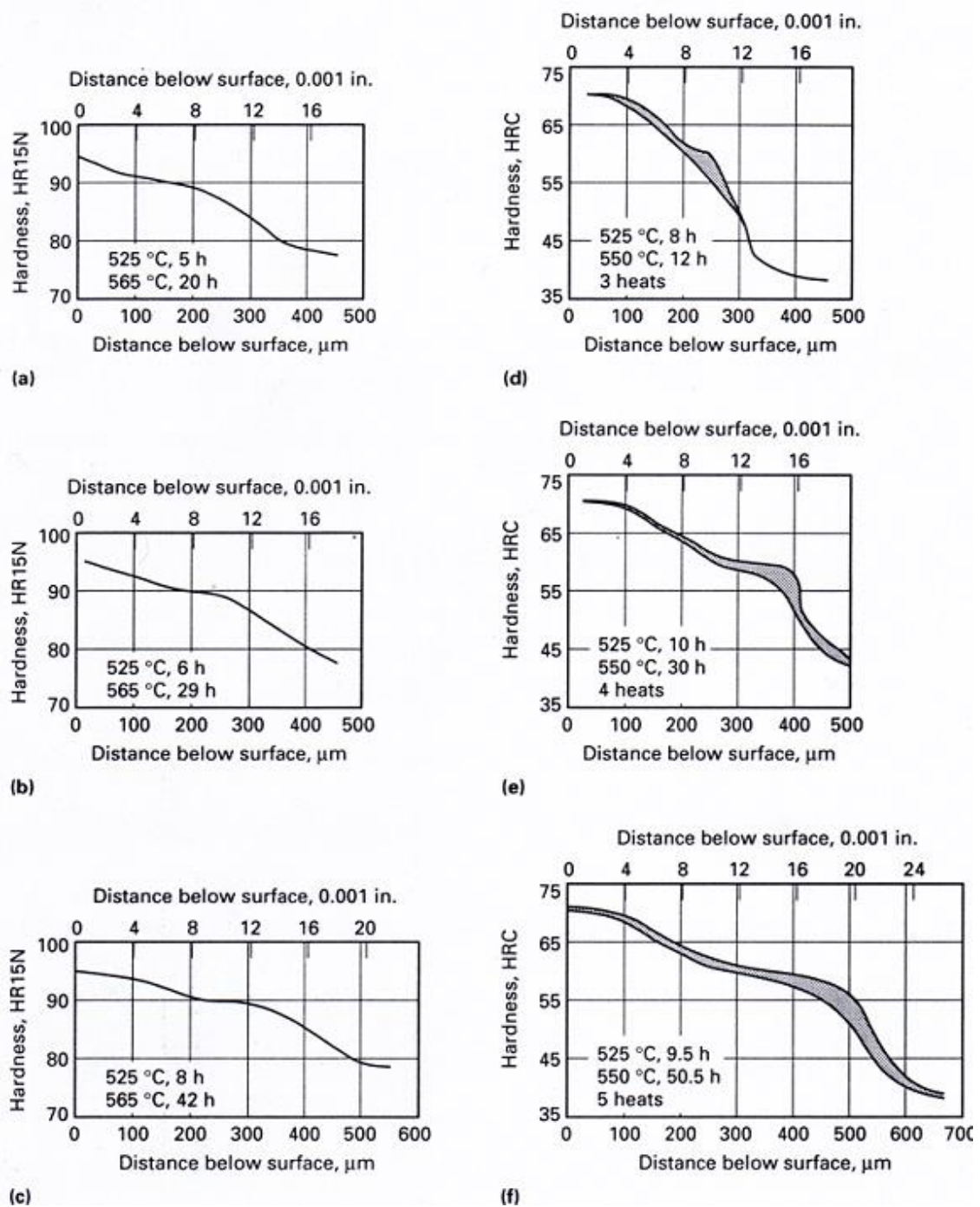


Figura 5: Gradientes de dureza para el acero SAE 7140 nitrurado mediante doble etapa. (a)-(c) Material nitrurado con tasa de disociación del 15 – 20 % en la primera etapa y 60 – 70 % durante la segunda etapa. (d)-(f) Material nitrurado con una tasa de disociación del 25 – 28 % en la primera etapa y un 75 – 80 % en la segunda etapa.

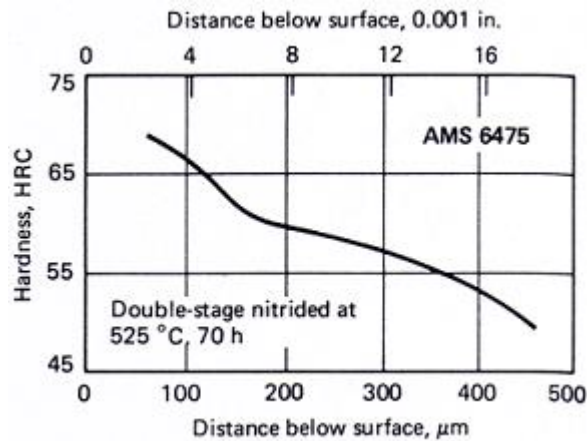


Figura 6: Gradiente de temperatura obtenido mediante nitruración de doble etapa del acero AMS 6475. La dureza de núcleo tras la nitruración fue de 41,5 HRC.

Resumiendo, el uso de una temperatura más alta durante la segunda etapa:

- Baja la dureza de capa.
- Incrementa el grosor de capa.
- Puede bajar la dureza del núcleo dependiendo de la temperatura del revenido previo y de la duración del ciclo total de nitruración.
- Puede descender el grosor efectivo de la capa por la pérdida de dureza del núcleo, dependiendo de cómo esté definida la profundidad efectiva de capa.

3.7. Procedimientos operativos

Después de templar y revenir, y antes de nitrurar, las piezas deben ser lavadas cuidadosamente. La mayor parte de las piezas pueden ser nitruradas después de desengrasarlas con vapor. Sin embargo, algunos procesos de acabado como el buffing, finish grinding, lapping y burnishing pueden producir superficies que retarden la nitruración y acaben con distorsiones y profundidades de capa defectuosas. Hay varios métodos mediante los cuales la superficie de las piezas tratadas queda en un estado apropiado, listo para la nitruración.

Un método consiste en desengrasar la pieza con vapor y después limpiar la pieza con un abrasivo como partículas de óxido de aluminio. Cualquier resto de abrasivo debe ser retirado antes de cargar el horno para la nitruración. Las piezas deben ser manipuladas con guantes limpios.

Un segundo método consiste en preoxidar las piezas en una atmósfera de aire a unos 300 °C. Este paso puede realizarse como una operación a parte, o se puede incluir como una etapa más del calentamiento en el ciclo de nitruración, con las debidas precauciones.

Purga del horno

Tras cargar y cerrar el horno al comienzo del ciclo de nitruración, es necesario purgar el aire del interior del horno antes de que el horno alcance una temperatura por encima de 150 °C. Esto previene la oxidación de las piezas así como de los componentes del horno y, cuando se usa amoníaco como gas de purga, evita posibles mezclas explosivas. Se prefiere nitrógeno en vez de amoníaco para purgar los hornos, pero deben tomarse las mismas precauciones para evitar la oxidación de las piezas, a menos que la pre-oxidación forme parte de nuestro ciclo de nitruración.

Un ciclo típico de purga utilizando amoníaco podría ser el siguiente:

- Cerrar el horno e inyectar amoníaco a una velocidad adecuada para nuestro ciclo.
- Mientras tanto fijar el control de temperatura del horno en 150 °C.
- Calentar el horno hasta esta temperatura sin sobrepasarla.
- Cuando se haya alcanzado una purga del 90 % en amoníaco, el horno estará listo para calentarse a la temperatura de nitruración.

La incorporación de la pre-oxidación como parte del ciclo no es viable a menos que se use nitrógeno como gas de purga. Bajo ninguna circunstancia debe introducirse amoníaco en un horno que contenga aire a 330 °C debido al riesgo de explosión.

La purga del horno también se realiza al final del ciclo de nitruración, cuando se enfría el horno desde la temperatura de nitruración. Es una práctica común eliminar el amoníaco remanente en la cámara del horno con nitrógeno para reducir la cantidad de amoníaco que, de otra manera, sería liberado en la zona en el momento de sacar la carga del horno. Es posible retrasar la introducción del nitrógeno en la cámara del horno hasta que las piezas hayan alcanzado los 150 °C.

Purgas de emergencia

Si el suministro de amoníaco es cortado durante el ciclo de nitruración, o si se da una rotura en la línea de suministro existe el peligro de que, debido a la contracción de los gases en el interior del horno, entre aire en la cámara. Este riesgo es mayor durante el ciclo de enfriamiento. Para garantizar una diferencia de presión positiva en el horno es práctica general incorporar al horno un sistema de suministro auxiliar, que rellenaría el horno con nitrógeno u otro gas libre de oxígeno, manteniendo así una presión positiva en el interior.

Nitrógeno vs. amoníaco como gas de purga

Entre las ventajas de utilizar nitrógeno como gas de purga se incluyen su seguridad, su fácil manipulación y su facilidad de control. Sin embargo, el uso de nitrógeno requiere equipamiento adicional, como tuberías.

El amoníaco no requiere equipamiento adicional y es relativamente seguro si se maneja con cuidado; mezclas de un 15 a un 25 % de amoníaco en aire pueden resultar explosivas si se enciende una chispa.

Tasas de disociación

El proceso de nitruración está basado en la afinidad del nitrógeno atómico por el hierro y por ciertos elementos metálicos. El nitrógeno atómico es producido por la disociación del gas de amoníaco en contacto con piezas de acero a elevada temperatura. Aunque se pueden usar con éxito varias tasas de disociación en la nitruración de los aceros, es importante que el ciclo de nitruración comience con una tasa del 15 al 35 % de disociación, y que ésta se mantenga durante 4 a 10 horas, dependiendo de la duración total del ciclo. La temperatura debe mantenerse alrededor de 525 °C. Normalmente se suministra el amoníaco a un flujo tal que consiga un ascenso de 4 atmósferas por hora en la cámara del horno. Con este ciclo inicial se desarrolla una capa blanca muy tenue.

En la mayoría de los ciclos de nitruración la tasa de disociación varía, incluso aunque permanezcan constantes los parámetros de control (flujo de amoníaco, área de las piezas y temperatura de nitruración). Habitualmente, la tasa de disociación se incrementa a medida que el flujo de amoníaco tiende a una constante. Normalmente este incremento no es suficiente como para afectar significativamente las características de la capa nitrurada.

Cuando se nitrura con una tasa de disociación de entre un 15 y un 35 % se puede controlar la tasa únicamente mediante el flujo de amoníaco. Sin embargo, con una disociación del 75 u 80 % se hace necesario introducir amoníaco ya disociado desde un disociador externo o nitrógeno para asegurar un flujo positivo hacia el interior del horno.

En el apartado “Control del proceso de nitruración gaseosa” se ampliará esta información.

Calentamiento y enfriamiento del horno

Por razones económicas normalmente es deseable que el tiempo del ciclo completo sea lo más corto posible enfriando y calentando tan rápidamente como permita el equipamiento del horno. Puede resultar ventajoso:

- Limitar la tasa de calentamiento a, por ejemplo, 55°C/hora o menos, para dar tiempo a cualquier contaminante residual a que se desprenda de la pieza antes de alcanzar la temperatura de nitruración.
- Limitar tanto la tasa de calentamiento como la de enfriamiento para evitar gradientes de temperatura en piezas grandes o complejas, evitando así posibles distorsiones.

Muchos hornos de nitruración están equipados con un intercambiador de calor que acelera el enfriamiento del horno y de la carga al final del ciclo de nitruración.

Post-Oxidación

La post-oxidación, hecha dentro de un ciclo al final del proceso de nitrocarburation, incrementa enormemente la resistencia a la corrosión de la capa nitrocarburada.

La meta del proceso de post-oxidación es la transformación de la parte más externa de la capa del componente nitrocarburado, consistente en nitruros de hierro o carbonitruros de hierro, transformarlos a óxidos de hierro, que forman una capa de óxidos de hierro compacta y densa de magnetita (Fe_3O_4) de espesor de 1 a 2 micras. Capas de óxido más delgadas o gruesas u otros óxidos que no sean magnetita no tienen los mismos efectos positivos.

De esta forma, es importante el mantener el potencial de oxidación durante el ciclo de post-oxidación en el rango correspondiente a la fase magnética (*Figura 7*) y ajustar acorde con esto el tiempo y la temperatura de ciclo.

El proceso de post-oxidación normalmente se realiza tras la nitrocarburation con la carga todavía a temperatura. El flujo de los gases de nitrocarburation se para y el agente oxidante (aire o agua) se introduce en el horno a tal nivel que el potencial de oxígeno en el horno, medido por una sonda de oxígeno especial, desciende rápidamente al valor deseado. En ese valor se controla mediante adiciones regulares de hidrógeno, procedente de gas endotérmico o amoníaco.

Este procedimiento patentado llamado proceso *Pronox* asegura el ajuste exacto de confianza y reproducibilidad de la capa requerida de óxido de hierro.

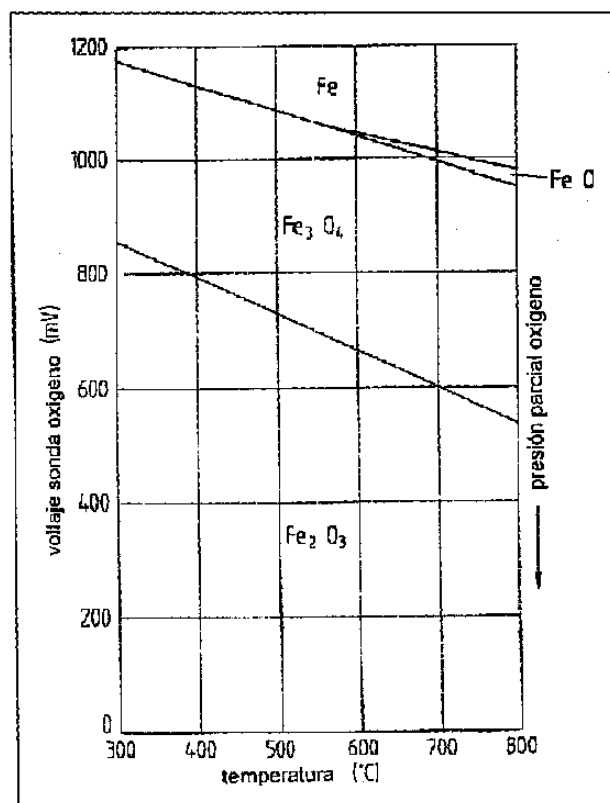


Figura 7: Regiones de fase del óxido de hierro.

3.8. Control de espesor de capa

La profundidad de capa y la dureza de capa, los dos criterios más importantes en el control de propiedades de la capa nitrurada, varían no solamente con la duración y otras condiciones del ciclo de nitruración, sino también con la composición del acero, la estructura previa y la dureza del núcleo.

- **Aceros al aluminio:** De los aceros al aluminio para nitrurar, el más ampliamente usado es el SAE 7140 (AMS 6470). La *Figura 8* indica los gradientes de dureza y profundidades de capa obtenidos con este acero, en función del tiempo del ciclo y condiciones de nitruración. Los resultados se obtienen de una nitruración de etapa simple para varios tiempos hasta las 800 horas y con un rango de temperaturas desde los 510 a los 540 °C, representado diferentes tasas de disociación. Las probetas sometidas a 800 horas fueron nitruradas en 11 periodos de 72 horas cada uno. Queda claro que la tasa de nitruración descende en largos periodos de tiempo; la profundidad de capa obtenida en la nitruración de 800 horas es sólo 3 veces más gruesa que la obtenida en una nitruración de 100 horas.

- **Aceros al cromo de baja aleación:** En la *Figura 9* y la *Figura 10* se muestran los datos relativos a la profundidad de capa, tiempo de nitruración y condiciones de ciclo para la nitruración de los aceros al cromo de baja aleación (principalmente 4140, 4337, 4340 y 8640). De todos estos, el que mejores resultados obtiene es el 4140, debido a su alto contenido en cromo y nulo contenido en níquel.

De particular interés son los datos obtenidos de los aceros AMS equivalentes 4337 y 4140, ya que demuestran el efecto que tiene la dureza de núcleo sobre la dureza de la capa nitrurada. Se han considerado durezas de núcleo de 21-23 HRC y de 36-37 HRC.

Aceros herramienta al cromo como el H111, H12, H13 y D2 obtienen una resistencia de núcleo elevada y una dureza de capa alta, una combinación excelente para aplicaciones que tengan que soportar impactos severos o cargas puntuales muy elevadas. El uso de estos aceros está limitado por su elevado precio y por las dificultades en la fabricación. En la *Figura 11* se muestra la profundidad de capa obtenida con este acero en un ciclo de etapa simple a 525 °C y a entre 525 y 540 °C. Las profundidades obtenidas con este acero, relativamente bajas, reflejan el hecho de que al nitrógeno le cuesta más penetrar en la matriz del acero si éste contiene elevados porcentajes de cromo. En la *Figura 12* se muestran gradientes de dureza para este tipo de aceros.

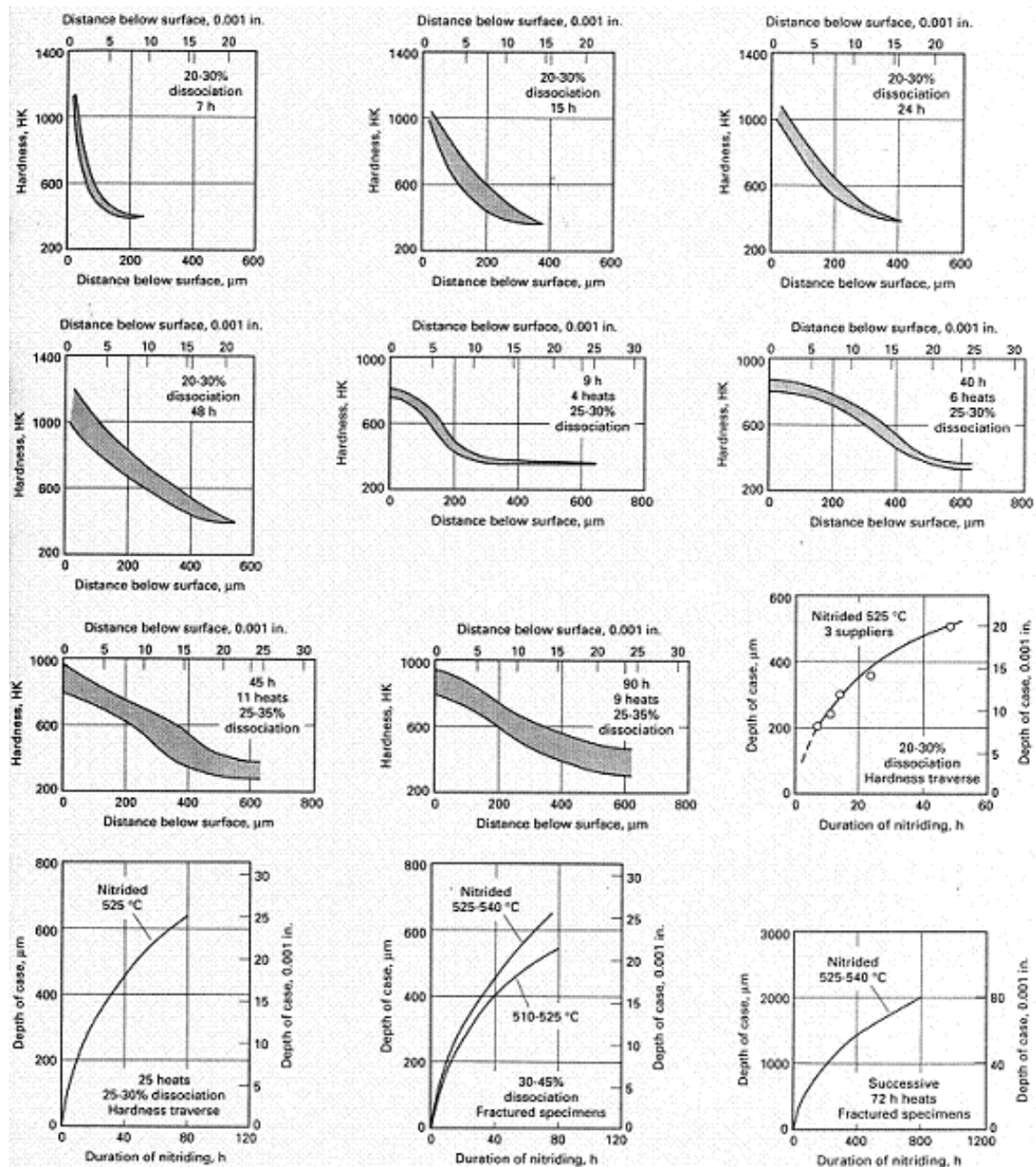


Figura 8: Gradiente de dureza vs. profundidad de capa para un acero SAE 7140 con contenido en aluminio nitrurado mediante etapa simple.



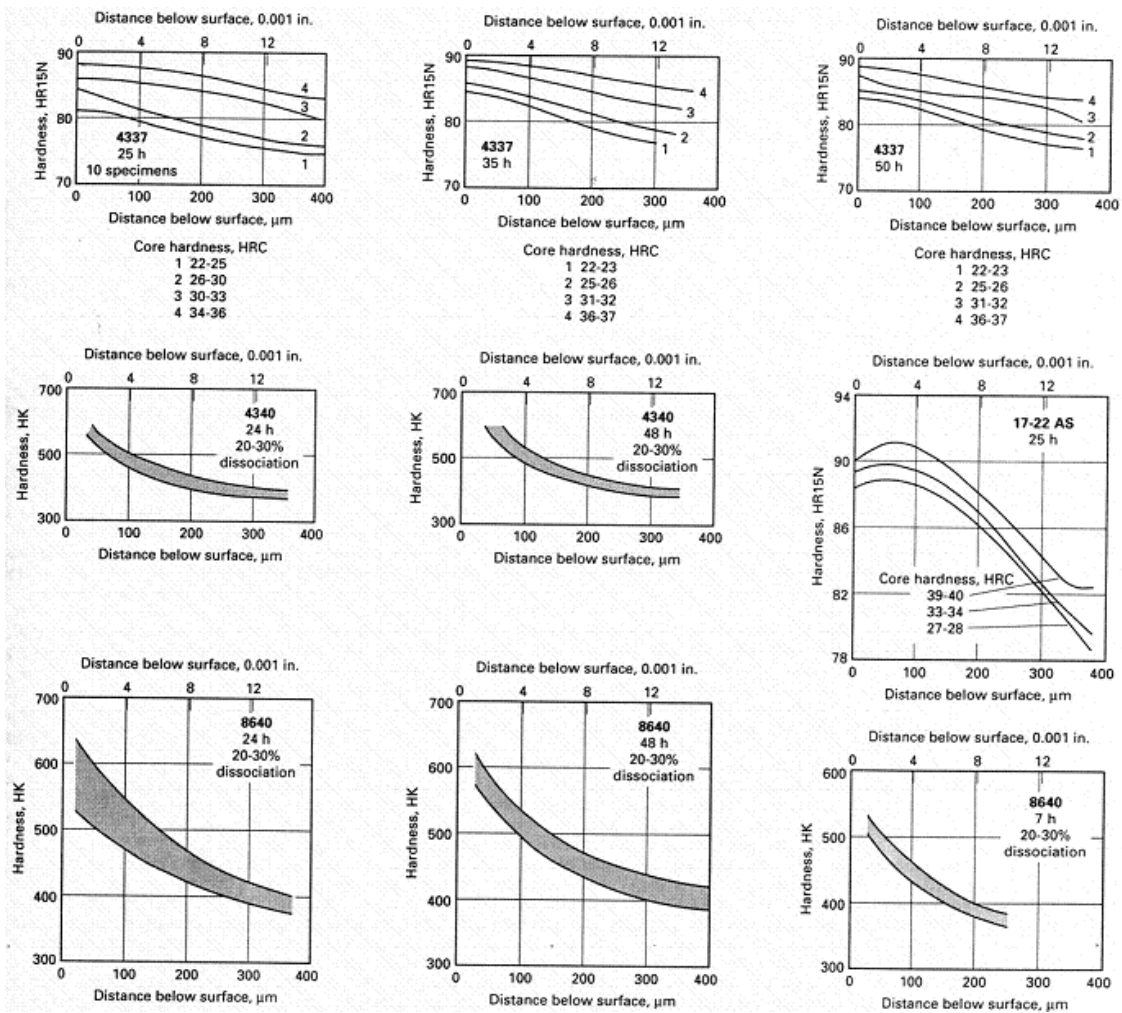


Figura 10: Continuación.

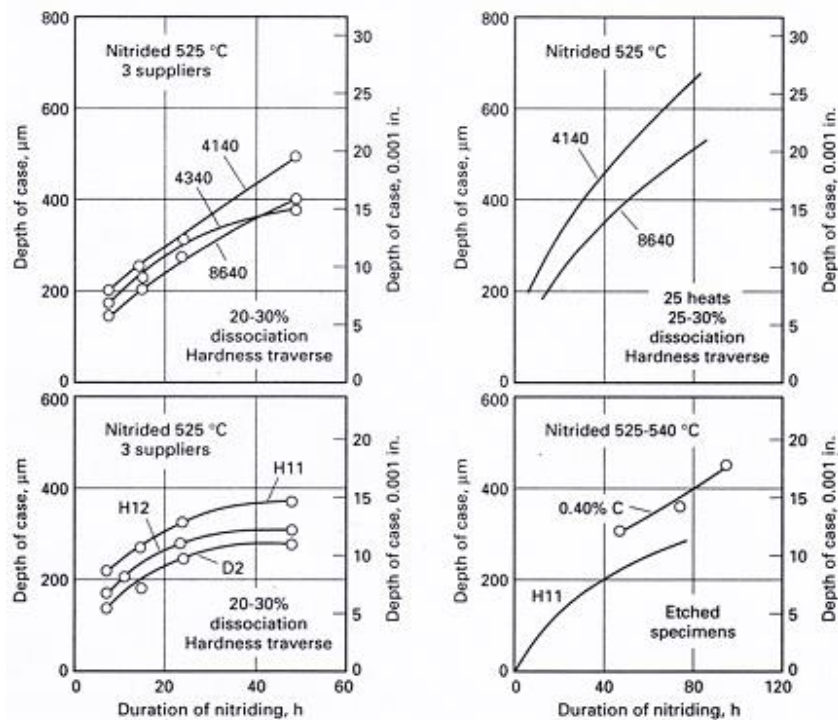


Figura 11: Profundidad de capa en función de la duración de la nitruración para aceros de baja aleación con contenido en cromo y para aceros herramienta

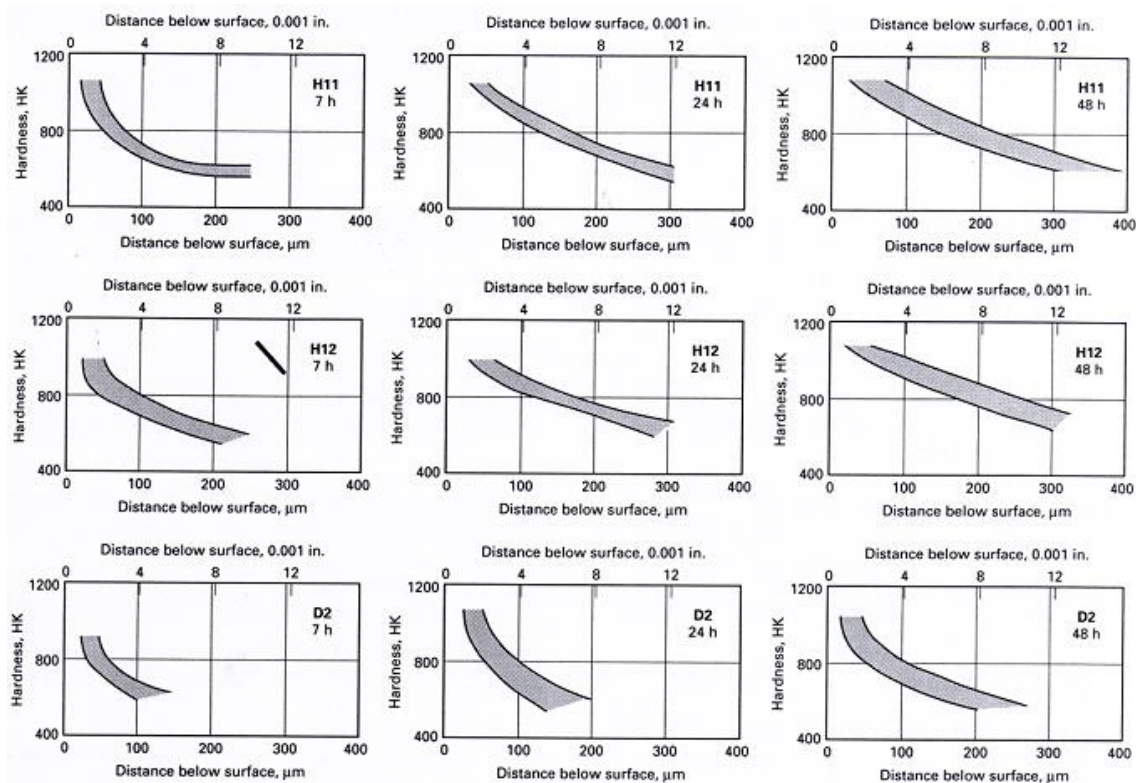


Figura 12: Gradiente de dureza para aceros herramienta con contenido en cromo.

3.9. Distorsión y cambios dimensionales

La distorsión producida en la nitruración puede ser causada por:

- Tensiones residuales liberadas producidas por operaciones anteriores como soldaduras, temple, mecanizados, etc.
- Tensiones introducidas durante la nitruración debidas a un soporte de las piezas inadecuado o un calentamiento o enfriamiento demasiado rápido.
- Tensiones debidas a un incremento de volumen acaecido en la capa nitrurada.

Estos cambios causan una tracción en el núcleo que producen una compresión en la capa nitrada después de haber enfriado las piezas hasta la temperatura ambiente. La magnitud del juego en el núcleo y la capa nitrada depende del Módulo de Young del acero, del grosor de la capa nitrurada y de la cantidad y naturaleza de los nitruros formados.

Cuando se controlan adecuadamente los mecanizados previos y los mecanismos del ciclo de nitruración, el recrescimiento se convierte en la principal causa de distorsión. Depende en gran medida de la composición del acero, de la temperatura de revenido, del tiempo y temperatura de la nitruración, del espesor relativo de la capa nitrada con respecto al núcleo y de la forma de la pieza. También se da recrescimiento en aquellas piezas que han sido parcialmente protegidas para prevenir la nitruración en

determinadas zonas. La cantidad de material recrescido es constante para piezas idénticas nitruradas en hornos diferentes bajo un ciclo de nitruración determinado.

Deben evitarse las esquinas y los bordes afilados en piezas que van a ser nitruradas porque las proyecciones formadas en estos bordes, como consecuencia del recrescimiento, tienen un alto contenido en nitrógeno y se rompen fácilmente. Si no se pueden evitar los bordes afilados, es posible deshacerse del problema del recrescimiento nitrurando solamente una de las superficies, la que vaya a resistir la fricción. Frecuentemente los problemas de recrescimiento se eliminan nitrurando solamente aquellas superficies sujetas a fenómenos de fricción.

Tratamientos de estabilización

En las piezas nitruradas existe un equilibrio entre las tensiones de compresión de la capa nitrurada y las tensiones de tracción del núcleo. Si este equilibrio se rompe al eliminar parte de la capa pueden darse pequeños cambios dimensionales hasta que el equilibrio vuelva a restituirse. Para prevenir estos cambios, deben mecanizarse las piezas hasta casi sus dimensiones finales, después deben ser calentadas a 565 °C durante 1 hora, y por último ser sometidas a un tratamiento de lapeado o rectificado. Las piezas nitruradas que han sido mecanizadas tras el nitrurado tienen una estabilidad dimensional excelente.

Cambios en el ángulo de la hélice

Un indicador delicado de cambios dimensionales para engranajes helicoidales tratados térmicamente es el cambio en el ángulo de la hélice. Es posible realizar mediciones exactas y reproducibles del ángulo de la hélice mediante instrumentos de medida electrónicos. En general, la variación del ángulo de la hélice es más pronunciado en engranajes con pocos dientes que en engranajes con muchos dientes. Por ejemplo, las dimensiones de un piñón de 13 dientes pueden cambiar como mucho 0,0005 mm/mm, mientras que las dimensiones de una rueda de 67 prácticamente no cambia. Por lo tanto, cuando se desea nitrurar un engranaje de pocos dientes el ángulo de la hélice debe ser compensado mediante un mecanizado apropiado.

Alivio de tensiones

Muchos procedimientos estándar requieren que las piezas sean mecanizadas, aliviadas las tensiones, y rectificadas antes de ser nitruradas. Para muchas piezas este largo proceso puede no ser necesario.

En general, se ha comprobado que el alivio de tensiones después del mecanizado sólo es necesario para piezas esbeltas o con paredes delgadas, o para formas complejas. Cuando la distorsión es causada por la eliminación de tensiones residuales originadas en el mecanizado durante la nitruración, un alivio de tensiones a 620 °C durante 4 horas previo a la nitruración debería aliviar o eliminar este problema.

Cambios en el diseño

A veces piezas que han sido sometidas a un alivio de tensiones sufren distorsiones durante la nitruración. Este es normalmente el resultado de las tensiones de compresión inducidas por el propio tratamiento de nitruración. Como muestra la *Figura 13*, pequeños cambios en el diseño del componente pueden mejorar el balance de tensiones al que se ve sometido la pieza al ser nitrurada.

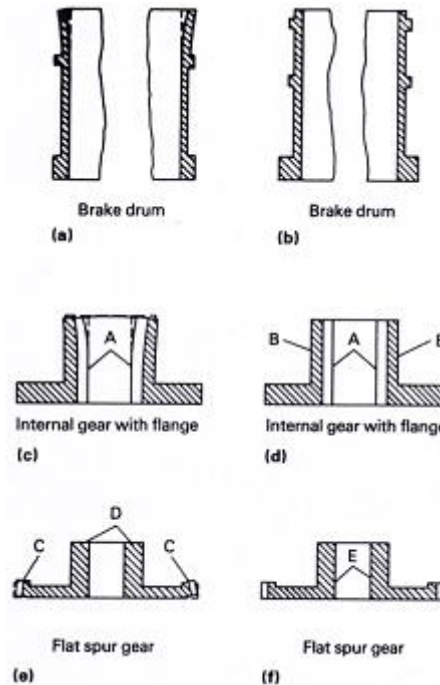


Figura 13: Cambios menores en el diseño y modificaciones en el planning de producción para eliminar distorsiones producidas en la nitruración. (a) – (b) Se ha cambiado la posición original del hombro y se ha añadido un hombro adicional. (c) – (d) Se ha nitrurado también la superficie B. (e) - (f) Se ha nitrurado toda la pieza a excepción de la superficie E.

Costes de acabado

El grado de distorsión como consecuencia de nitrurar una pieza es pequeño comparado con la distorsión que sufren las piezas sometidas a otro proceso de endurecimiento superficial, que requieren un temple para formar martensita. Por consiguiente, el incremento de precio ocasionado por los procesos de nitruración y de los aceros especiales de nitruración es compensado por el ahorro que supone mecanizar la pieza a sus dimensiones finales antes de nitrurar.

3.10. Equipamiento

Existen varios tipos de hornos que son usados para la nitruración gaseosa. La mayoría de ellos son hornos discontinuos, que incorporan ciertas características especiales:

- Un medio de aislar la carga para dejar fuera de la cámara el aire y otros posibles contaminantes mientras controlan la atmósfera interior.
- Una línea de entrada para introducir los gases necesarios para realizar el proceso y una línea de salida para expulsar los gases generados en el proceso.
- Un dispositivo que caliente la carga y controles y reguladores de la temperatura.
- Un dispositivo, como un ventilador, que mezcle bien los gases y homogenice la temperatura en la cámara del horno.

Se distinguen 3 tipos de hornos: el horno vertical de retorta, el horno de campana móvil y el horno de caja.

Control de temperatura

Para prevenir calentamientos inesperados y distorsiones en las piezas, muchas de las cuales han sido mecanizadas previa nitruración, es necesario mantener un estrecho control sobre las temperaturas de nitruración. Los hornos de nitruración están equipados con dos termopares: uno para controlar la temperatura de la carga y otro para controlar la temperatura de la fuente de calor. Esta temperatura no debe sobrepasar en más de 15 °C la temperatura de nitruración indicada para el ciclo. Gracias a estos dos termopares, junto con el ventilador encargado de hacer recircular los gases en el interior de la cámara, es posible controlar la temperatura del horno y de la carga con un error de entre 3 y 6 °C. El termopar de control del horno reduce además el riesgo de calentamiento en caso de que el termopar de control de la carga falle.

Útiles

Los útiles en los hornos de nitruración tienen un diseño similar al de los hornos de cementación gaseosa. Bajo las condiciones de nitruración, el amoníaco y los productos resultantes de las disociaciones que tienen lugar en el horno pueden reaccionar químicamente con los materiales del horno, los ventiladores, las cestas y los útiles. Estas reacciones incrementan el ratio de disociación del amoníaco, roban nitrógeno atómico y producen un exceso de hidrógeno. Con el objetivo de reducir estas reacciones al mínimo, los componentes de los hornos y los útiles normalmente están hechos de aleaciones con un alto contenido en níquel y en cromo. Bajo ciertas condiciones o tras un periodo de uso muy prolongado incluso estas aleaciones desarrollan una capa que reacciona con la atmósfera del horno e interfiere con el proceso habitual de la nitruración. No obstante, es posible restaurar su utilidad

calentando los componentes afectados en una atmósfera de aire y manteniéndolos a elevada temperatura durante un periodo de tiempo prolongado, y sometidos después a un tratamiento de arenado o similar para eliminar la costra. Algunas aleaciones han sido recubiertas por vidrio a alta temperatura para prolongar su utilidad. Los aceros de bajo carbono no son adecuados como útiles porque absorben nitrógeno y la capa nitrurada más interior del útil se vuelve quebradiza.

3.11. Suministro de amoniaco

La nitruración gaseosa hace uso de amoniaco líquido (99,98 % en peso). Una instalación típica de almacenamiento con una capacidad de 1050 Kg puede ser rellena directamente desde un camión de suministro. Normalmente el contenedor que almacena el amoniaco líquido se sitúa fuera de la nave donde se encuentra la instalación de nitruración.

A una temperatura exterior moderada el amoniaco absorberá suficiente calor como para vaporizarse y satisfacer el flujo de gas requerido. En días muy calurosos la presión del amoniaco puede elevarse tanto que tengan que actuar las válvulas de escape de la instalación. Por el contrario, cuando la temperatura exterior se sitúa por debajo de los -7 °C o cuando están siendo utilizados grandes volúmenes de gas, se necesita una fuente de calor adicional con el fin de vaporizar la cantidad suficiente de amoniaco. Se puede usar un calentador eléctrico sumergido directamente en el amoniaco que funcione con un sensor de presión. Dicho calentador será accionado cuando la presión baje por debajo de los 690 KPa y se parará cuando la presión alcance los 1035 KPa.

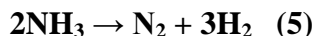
3.12. Control del proceso de nitruración gaseosa

Nitruración gaseosa con amoniaco

Como es sabido, durante la nitruración clásica a gas utilizando simple amoniaco la transferencia de nitrógeno comienza gracias a los átomos nacientes de nitrógeno que surgen desde la disociación térmica y catalítica del amoniaco en la superficie del acero de acuerdo con:



Paralela a esta reacción, tiene lugar una reacción de disociación pura en el horno:



Esta segunda reacción no contribuye al efecto de nitruración.

Con las proporciones de gasificación normales en los hornos industriales de nitruración, la cantidad de amoníaco utilizado para la transferencia de nitrógeno (4) y la cantidad de hidrógeno producida por esta reacción son pequeñas en comparación con la cantidad de amoníaco, nitrógeno e hidrógeno establecida en el horno, como en la ecuación (5). De este modo, la composición de la atmósfera puede caracterizarse utilizando los valores medidos del contenido de amoníaco o hidrógeno respectivamente.

En base a la ecuación de disociación (5), la medición de un gas posibilita la determinación del otro gas:

$$\phi R (\text{NH}_3) = 1.4/3 \phi R (\text{H}_2) \quad (6)$$

ó

$$\phi R (\text{H}_2) = 0.75(1 - \phi R (\text{NH}_3)) \quad (7)$$

siendo ϕR el contenido en atmósfera del horno.

A partir de los dos valores medidos $\phi R (\text{NH}_3)$ y $\phi R (\text{H}_2)$ se puede realizar un cálculo del potencial de nitruración K_N describiendo el comportamiento de nitruración de la atmósfera de acuerdo con:

$$K_N = \phi R (\text{NH}_3) / \phi R (\text{H}_2)^{3/2} \quad (8)$$

siendo K_N el potencial de nitruración.

Conociendo las porciones de volumen $\phi R (\text{NH}_3)$ y $\phi R (\text{H}_2)$ respectivamente, o el valor aritmético K_N , se pueden establecer las relaciones de las fases de nitruración emergentes. Éstas se muestran en la *Figura 14*.

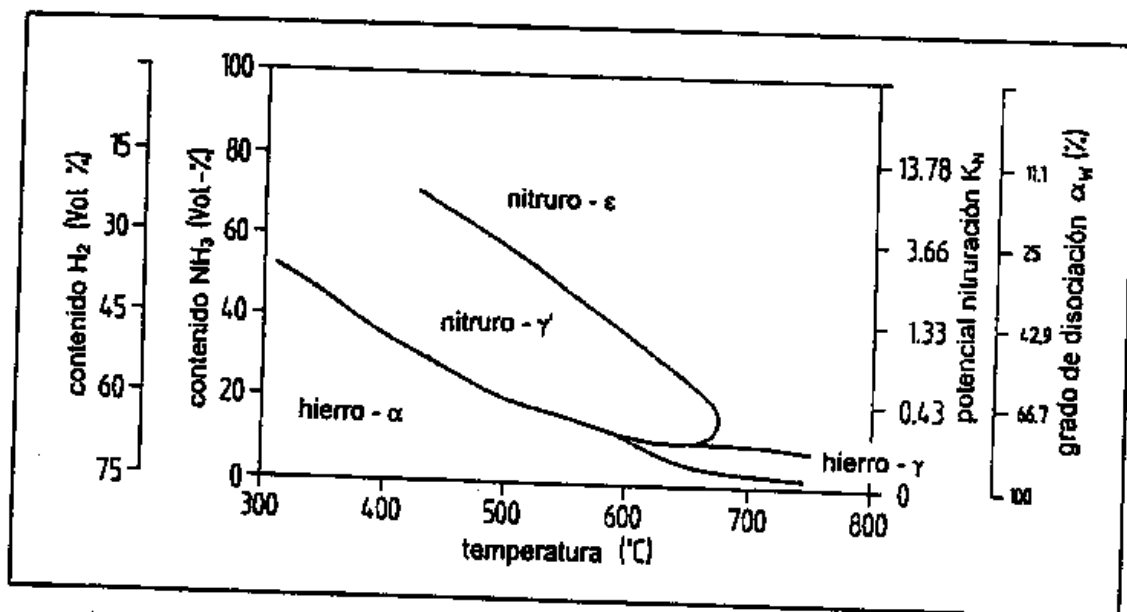


Figura 14: Límites de la fase de nitruro de hierro i.l.w. Lehrer (recalculado por contenido de hidrógeno y K_N para gasificación de amoníaco puro).

Estas relaciones válidas para gasificación de amoníaco puro son también válidas cuando además de amoníaco se añade amoníaco disociado. El motivo para esto se explica por el hecho de que al añadirse el amoníaco disociado (tanto si esto sucede en el horno como en el disociador externo) las porciones de volumen resultante de $\phi R (H_2)$ y $\phi R (N_2)$ se forman siempre en una relación de 3:1.

Nitruración gaseosa con nitrógeno como gas adicional

La adición del gas nitrógeno causa una dilución de la atmósfera de nitruración, que a su vez reduce las porciones de amoníaco e hidrógeno. El cálculo del potencial de nitruración K_N mediante la medición de las porciones de volumen de amoníaco e hidrógeno no causa ningún problema. Un cálculo del K_N de, por ejemplo, la porción medida del volumen de amoníaco ($\phi R (NH_3)$) requiere el conocimiento del rango de gasificación del horno, i.e. el volumen de flujo del amoníaco $V_0(NH_3)$ y nitrógeno $V_0(N_2)$.

De acuerdo con las siguientes ecuaciones:

$$V_R(NH_3) = \frac{V_0(N_2) + 2 \times V_0(NH_3)}{1 + \phi R(NH_3)} \phi R(NH_3) \quad (9)$$

$$V_R(H_2) = 1,5[V_0(NH_3) - V_R(NH_3)] \quad (10)$$

$$V_R(N_2) = V_0(N_2) + \frac{V_0(NH_3) - V_R(NH_3)}{2} \quad (11)$$

el contenido de hidrógeno $\phi R (H_2)$ en la atmósfera de nitruración puede calcularse utilizando las cantidades de volumen de las porciones de gas $V_R(NH_3)$, $V_R(H_2)$ y $V_R(N_2)$ en el horno, tal y como se indica a continuación:

$$\phi(H_2) = \frac{V_R(H_2)}{V_R(NH_3) + V_R(H_2) + V_R(N_2)} \quad (12)$$

A partir de la porción de volumen de amoníaco $\phi R (NH_3)$ medida y la porción de volumen de hidrógeno $\phi R (H_2)$ calculada, se puede determinar el potencial de nitruración K_N de acuerdo con la ecuación (8). Esta se muestra en la *Figura 15*.

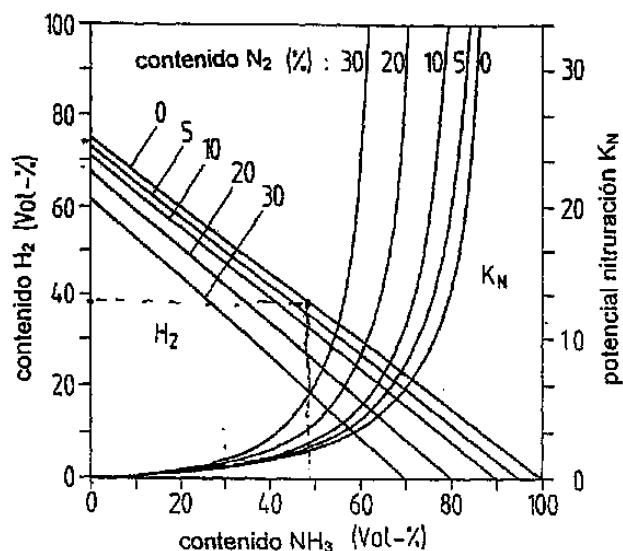
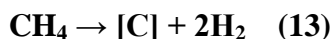


Figura 15: Influencia de las adiciones del gas nitrógeno al amoníaco en la composición del gas y el potencial de nitrógeno en el horno.

3.13. Control del proceso de nitrocarburation

Las condiciones se vuelven más complicadas cuando además de amoníaco y sus productos de disociación se utilizan también gases adicionales que contengan carbono. Si estos contienen mayoritariamente hidrocarburos (p.ej.: CH_4), como es el caso del gas natural, la siguiente ecuación es posible



para simplemente definir el potencial de carburación de acuerdo con

$$K_c = \phi R(\text{CH}_4) / (\phi R(\text{H}_2))^2 \quad (14)$$

De este modo, la determinación del potencial de esta cementación requiere una determinación analítica adicional de la porción de metano en la atmósfera del horno.

Más complicada aún es la utilización de gases adicionales que contienen carbono y oxígeno. Este es el caso de gas de nitrocarburation que contienen porciones variadas de CO y CO_2 . Aquí es necesario considerar la reacción gas-agua:



que de acuerdo con la experiencia también alcanza el equilibrio de temperaturas normales de nitrocarburation (550 – 650 °C).

Tras la reacción de nitruración (4) en la superficie de la pieza trabajada, la reacción de carburación también tiene lugar:



El potencial de cementación K_C^w caracterizando la función de carburación de la atmósfera muestra que

$$K_C^w = \phi R(\text{CO})\phi R(\text{H}_2) / \phi R(\text{H}_2\text{O}) \quad (17)$$

Para definir la atmósfera de nitrocarburación con respecto a su capacidad de nitruración y carburación, es necesario saber la porción de volumen $\phi R(\text{NH}_3)$, $\phi R(\text{H}_2)$, $\phi R(\text{CO})$ y $\phi R(\text{H}_2\text{O})$.

Esto es posible utilizando técnicas de medición eficaces. Analizar cuatro gases constituyentes diferentes con cuatro analizadores separados es, en todo caso, bastante costoso. Esto incluso se incrementa con el hecho de que la presencia de NH_3 y CO_2 lleva a la formación de carbonato amónico, que hace que sea necesario un calentamiento de los tubos de gas y analizadores a una temperatura por encima de los 100 °C.

Por todo ello, los esfuerzos para determinar el potencial de nitruración con la ayuda de electrolitos de oxígeno sólidos deben ser tenidos muy en cuenta. La diferencia de los potenciales de oxígeno de la atmósfera original del horno y de la atmósfera completamente disociada crea una diferencia de potencial a través del electrolito sólido (ZrO_2) de la sonda.

De acuerdo con la ecuación

$$\Delta U / mV = 0,0992T \lg \left[1 + 3/2 \frac{\phi R(\text{NH}_3)}{\phi R(\text{H}_2)} \right] \quad (18)$$

es posible calcular la fracción de volumen $\phi R(\text{NH}_3) / \phi R(\text{H}_2)$ y el potencial de nitruración K_N a partir de la diferencia de fuerza electromotriz ΔU utilizando la ecuación (18).

La relación entre el potencial de nitruración K_N y la diferencia de fuerza electromotriz ΔU para mezclas de gases utilizados habitualmente se muestran en la *Figura 16*, para una atmósfera de nitruración típica, que contiene 50 % en volumen de NH_3 y 50 % en volumen de endogas (generado directamente en el horno), y para una mezcla de gas sintético del 50 % en volumen de NH_3 , 45 % en volumen de N_2 y 5 % en volumen de CO_2 .

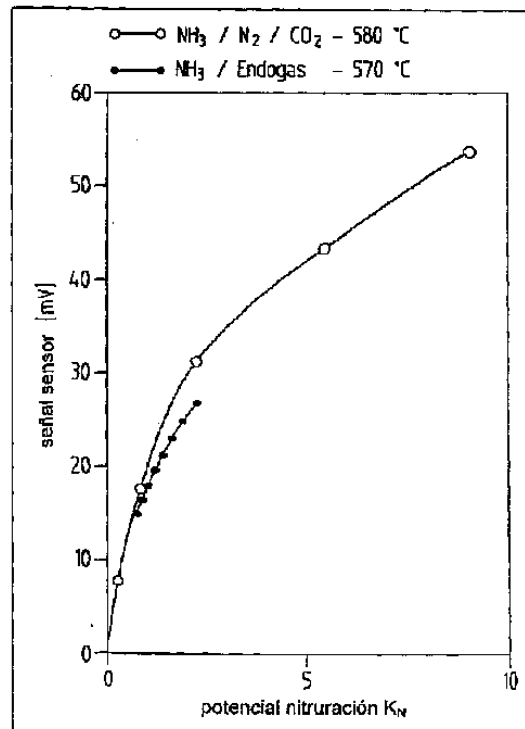


Figura 16: Relación entre la señal de la sonda y el potencial de nitruración para dos mezclas estándar de gas de nitrocarburo.

Tomando como base la medición de la señal de la sonda y los valores conocidos de la temperatura de nitruración, así como la relación de volumen de las porciones de mezcla de gas introducidas en el horno, se pueden calcular los valores característicos K_N y K_C que describen el comportamiento de la atmósfera en nitruración y carburación.

Para las dos atmósferas estándar de nitrocarburo arriba mencionadas, las condiciones surgidas de un cambio en el contenido de NH_3 en la atmósfera del horno se muestran en las Figuras 17 y 18.

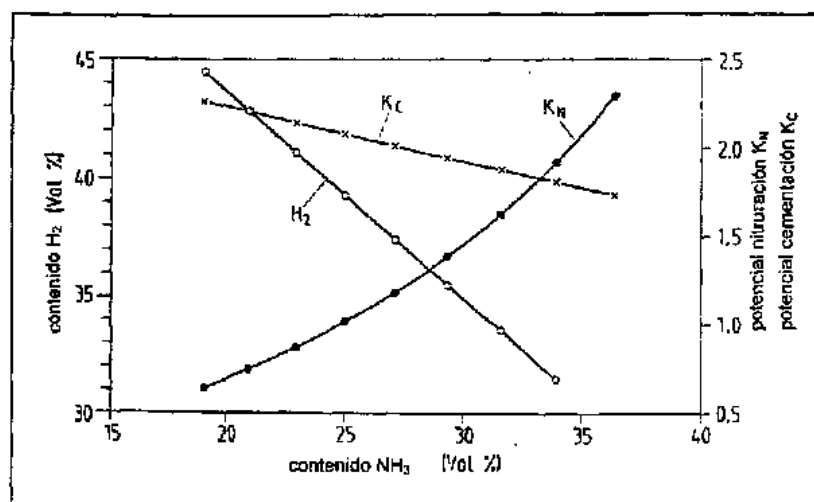


Figura 17: Variación de hidrógeno, potencial de nitruración K_N y potencial de carburación K_C con incremento de contenido de amoníaco en el horno, cuando la nitruración está a $570^\circ C$ (50 % NH_3 + 50 % endogas)

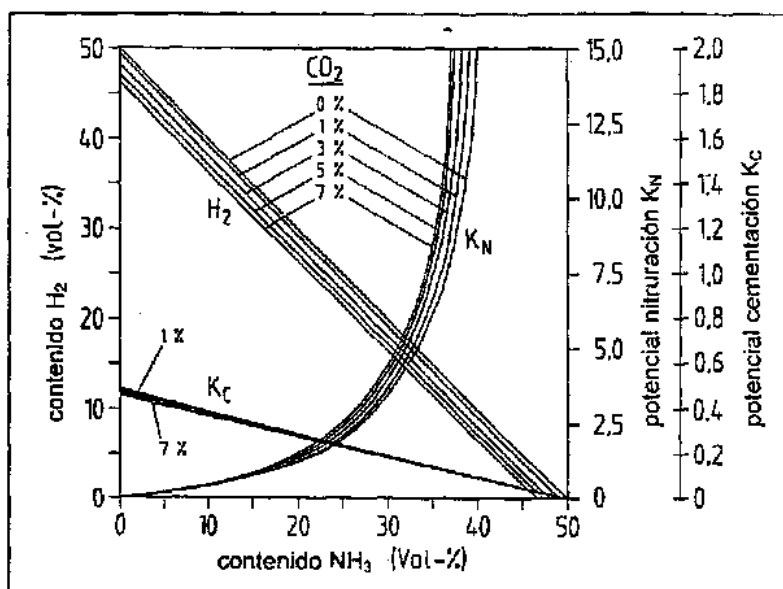


Figura 18: Influencia de la cantidad de CO_2 en el contenido de gas de NH_3 y H_2 en el horno, así como en el potencial de nitruración y carburación cuando la nitrocarburación es con 50 % NH_3 (resto de N_2) a 580 °C.

La principal aspiración es la generación en el menor tiempo posible de una capa ϵ suficientemente gruesa resistente al desgaste y a la corrosión. Esto generalmente se consigue con la nitrocarburación a 570 °C ó 580 °C (o incluso a temperaturas más altas) durante entre 2 y 3 horas en un gas de nitrocarburación consistente en 50 % NH_3 y 50 % endogas (introduciéndolo en el horno), o de 50 % NH_3 y 5 % CO_2 (resto de N_2). En vez de utilizar endogas (CO) o CO_2 como medio de suministro de carbono, también se pueden utilizar hidrocarburos (p.ej.: CH_4) o metano.

3.14. Sobresaturación del hierro con nitrógeno y sus consecuencias

Muy importantes para las propiedades de los aceros son el contenido de los no-metales carbono, nitrógeno e hidrógeno. Se pueden conseguir efectos muy beneficiosos en el acero gracias al carbono y al nitrógeno, como son buena resistencia mecánica, dureza elevada, resistencia a la abrasión o resistencia a la corrosión, mientras que la adición de hidrógeno puede causar problemas de descamación, blistering, agrietamiento y fragilización en el acero. Existe un amplio conocimiento acerca de los importantes sistemas $\text{Fe} - \text{C}$, $\text{Fe} - \text{N}$ y $\text{Fe} - \text{H}$. La sobresaturación se obtiene a menudo fácilmente, de diferentes maneras, en estos sistemas y a veces conduce a propiedades muy útiles en los materiales. Sin embargo también puede causar defectos debido a la fuerte tendencia que tiene el carbono a formar grafito y al nitrógeno e hidrógeno atómicos a formar N_2 y H_2 si la solución está sobresaturada. El proceso de formación de los estados estables de estos elementos en las soluciones sobresaturadas no había sido aclarada hasta hace pocos años. El siguiente punto se centrará en la formación de porosidades en la capa nitrurada de los aceros debida a la difusión de nitrógeno atómico.

Sobresaturación y formación de porosidades en el sistema Fe – N

El nitrógeno puede ser disuelto en el hierro de acuerdo a la reacción



donde $[\text{N}]$ son átomos de nitrógeno, también llamado nitrógeno libre. De acuerdo con la ley de acción de masas para disoluciones de gases diatómicos en metales, conocida como *Ley de Sievert*, la concentración es proporcional a la raíz cuadrada de la presión.

$$C_N = K_1 \cdot (P_{\text{N}_2})^{1/2} \quad (20)$$

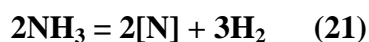
La solubilidad en equilibrio con N_2 a 1 bar es muy pequeña, en el hierro α la solubilidad se ve incrementada con la temperatura a unos 40 $\mu\text{g/g}$ a 900 °C y en hierro γ la solubilidad es casi independiente de la temperatura. A mayores concentraciones el hierro está sobresaturado, y todos los nitruros de hierro (γ' - Fe_4N y ϵ - Fe_{2-3}N) son termodinámicamente inestables. La desabsorción de nitrógeno tiene lugar en el hierro sobresaturado y en los nitruros de hierro. La reacción (19) no juega un gran papel en la práctica. Esto es debido a que la disociación del nitrógeno molecular necesita una gran energía de activación y es muy lenta a temperaturas por debajo de los 1000 °C. Sólo entra en juego en la corrosión de los aceros nitruados mediante N_2 a elevadas temperaturas.

Por otra parte la disociación del N_2 es necesaria para que tenga lugar la síntesis del NH_3 , y se usan catalizadores de hierro con gran área superficial para este importante proceso.

$T/^\circ\text{C}$	At 1bar N_2	At equil. $\alpha\text{-Fe}/\text{Fe}_4\text{N}$	p_{N_2} (bar)
20	$4.1 \cdot 10^{-3}$	0.079	362
100	0.059	1.7	814
200	0.46	18	1524
300	1.7	84	2294
400	4.5	250	3057
500	9.0	550	3782
590	15	970	4382
700	24		
800	33		
910 (γ)	266		
1400 (γ)	206		
1400 (δ)	112		
1540 (δ)	132		
1540 (liq.)	444		

Tabla 2: Solubilidad del nitrógeno en hierro ($\mu\text{g/g}$)²

Las fases con alto contenido en nitrógeno se consiguen fácilmente nitruando con flujos de NH_3 y H_2 a 1 bar, de acuerdo con la reacción



donde $[\text{N}]$ permanece como nitrógeno disuelto o nitrógeno en un nitruro. Ya en 1980 Lehrer publicó el famoso diagrama **Fe – N**, mostrando los rangos en los que las fases α ,

γ , γ' y ϵ eran estables, en función de la temperatura y del contenido en NH_3 de la atmósfera (Figura 19).

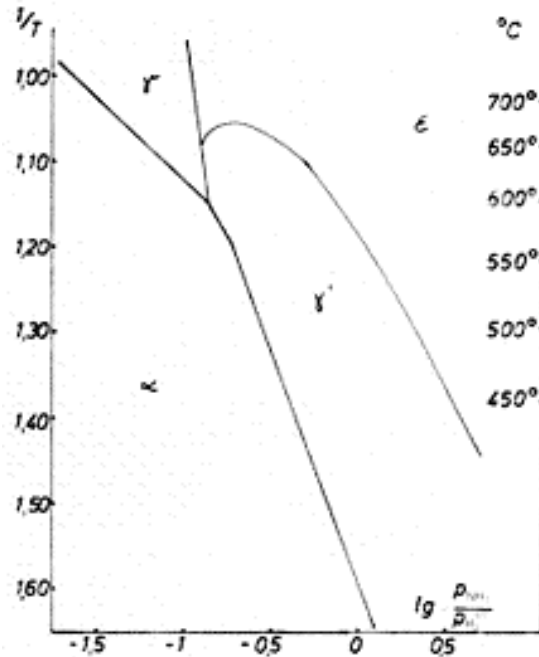


Figura 19: Diagrama Fe – N en función de la temperatura y del potencial de nitruración

Por la ley de acción de masas el potencial de nitruración de la mezcla de NH_3 y H_2 resulta:

$$r_N = \frac{(P_{\text{NH}_3})}{(P_{\text{H}_2})^{3/2}} \quad (22)$$

y se usa para caracterizar la actividad nitrurante de un medio usado para nitrurar aceros.

Considerando la reacción de descomposición y formación del amoníaco

$$2\text{NH}_3 = \text{N}_2 + 3\text{H}_2 \quad (23) \quad P_{\text{N}_2} = K_3 \frac{(P_{\text{NH}_3})^2}{(P_{\text{H}_2})^3} = K_3 \cdot r_N^2 \quad (24)$$

el potencial de nitruración puede ser relacionado con la presión en equilibrio del nitrógeno en la mezcla de gases NH_3 y H_2 .

Tal y como se aprecia en la siguiente figura, existe un punto a concentración C_N^{ss} , en el cual la tasa de transferencia de nitrógeno procedente de la mezcla $\text{NH}_3\text{-H}_2$ es igual a la tasa de desabsorción de nitrógeno.

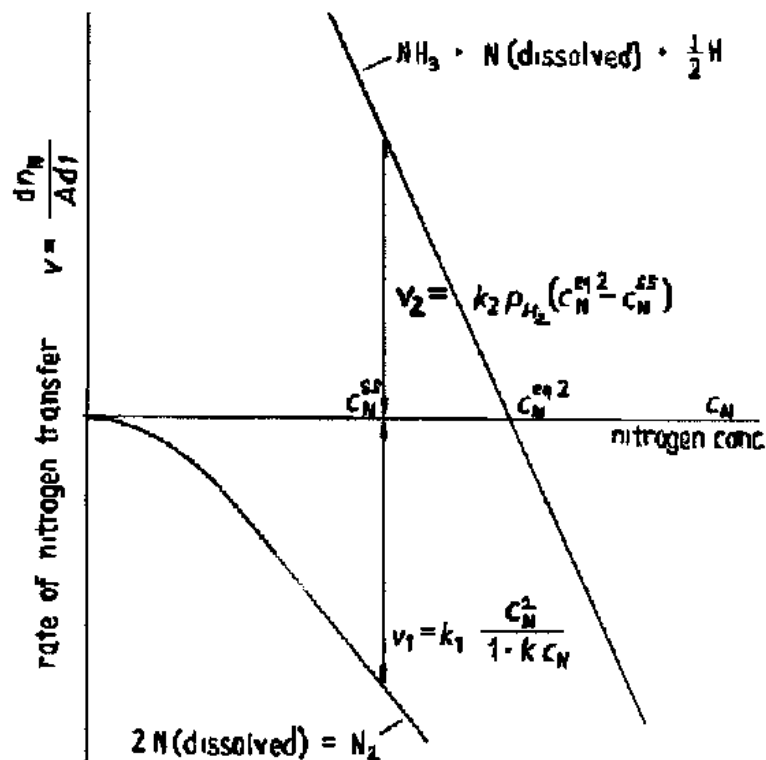


Figura 20: Estado estacionario para la nitruración del hierro en mezcla de NH_3 y H_2 , establecido a la concentración c_N^{ss} donde la tasa de transferencia de N procedente del NH_3 siguiendo la reacción (21) es igual a la tasa de desorción de N_2 .

Las altas presiones virtuales del nitrógeno en el hierro sobresaturado y en los nitruros de hierro y la tendencia a formar nitrógeno molecular pueden causar porosidad, i.e., formación de poros que contienen nitrógeno gaseoso. La nucleación de los huecos generalmente comienza en los bordes de grano e inclusiones del acero. Transcurrido un tiempo, en 1 hora a 850°C el contenido en nitrógeno empieza a disminuir debido a que los poros se han unido y han formado canales, por los que el nitrógeno molecular discurre y puede abandonar el material.

Los párrafos precedentes conciernen al nitrógeno en la fase γ , pero muchos estudios han sido encaminados hacia la cinética de la formación y difusión del nitrógeno en las fases γ' y ϵ .

El desarrollo de estas fases es muy importante, y como ya se sabe están pensadas para endurecer y mejorar la resistencia al desgaste y a la corrosión de las piezas de acero. Este proceso se desarrolla a temperaturas de entre 500 y 590°C , en mezclas de NH_3 y H_2 o de endogas ($\text{NH}_3 - \text{H}_2 - \text{CO} - \text{CO}_2 - \text{H}_2\text{O}$). La llamada capa de compuestos en hierros y aceros crece por:

- Ingreso inicial de nitrógeno atómico en la fase α , nucleaciones localizadas de nitruros γ' que crecen por la difusión del nitrógeno desde la fase α y a través de los nitruros.
- Nucleación de nitruros ϵ en los nitruros γ' , y formación de una doble capa ϵ/γ' , desarrollándose únicamente gracias a la difusión del nitrógeno a través de los nitruros. En ese momento comienza la aglomeración de huecos y el crecimiento de los poros, primero en los bordes de grano de los nitruros ϵ , después en la superficie de la zona de nitruros ϵ y en los poros formados en los bordes de grano.

- Ahora la “desnitruración” por desabsorción de nitrógeno ha comenzado. En el caso de la nitrocarburation, el carbono entra principalmente por difusión del **CO** en los canales formados y el carbono se transfiere a la fase ϵ .

La porosidad en la capa de compuestos tiene efectos ciertamente negativos en su estructura mecánica, pero en ocasiones puede ser deseada ya que su aparición favorece la adherencia de sellantes a la superficie del acero, que mejoran mucho el comportamiento de la pieza tratada frente a fenómenos de corrosión.

3.15. Problemas más comunes en la nitruración

Algunos de los problemas que pueden surgir al realizar una nitruración son los siguientes:

- **Baja dureza de capa o capa demasiado tenue:** Este problema puede ser causado por las características del acero o por un ciclo de nitruración defectuoso. Las características del acero que pueden afectar a la dureza y profundidad de capa incluyen una composición poco conveniente para nitrurar, una microestructura inapropiada, fallo en el temple y revenido previo al nitrurado, baja dureza de núcleo y pasivación de la superficie del acero, por un mecanizado previo o un desengrasado inadecuado. Un ciclo defectuoso puede ocasionar una baja dureza de capa si se utiliza una temperatura de nitruración demasiado alta o baja, un flujo de amoníaco insuficiente, cuando la temperatura del horno no es uniforme o cuando se mantiene la carga a la temperatura de nitruración un tiempo insuficiente. Finalmente la baja dureza de capa puede ser sólo aparente, como resultado de una mala calibración de los instrumentos de medida, una preparación inadecuada de las probetas o al uso de cargas demasiado grandes en los tests de dureza.

- **Decoloración de las piezas:** Puede ser causada por un tratamiento superficial previo inadecuado, como un ataque químico, un desengrasado o un fosfatado.

- **Cambios dimensionales excesivos:** Pueden ser causados por alivio previo de tensiones inadecuado, por una colocación inadecuada de las piezas durante la nitruración, por un diseño inapropiado de las piezas o por la formación de capas de distinto grosor/dureza en determinadas superficies de la pieza.

- **Rotura y desconchamiento de las superficies nitruradas:** Puede ser causada por un porcentaje de disociación superior al 85 %, por un diseño inadecuado de las piezas (especialmente bordes afilados), grosor excesivo de la capa blanca o por descarburación de la superficie. La presencia de ferrita en la superficie de las piezas nitruradas impide que la nitruración se haga en buenas condiciones, ya que las capas nitruradas de los aceros con ferrita saltan y quedan frágiles. La descarburación o presencia de ferrita puede ser debida a diferentes causas. La más frecuente es la descarburación de las piezas o barras durante la forja o laminación o durante los tratamientos o recocidos preliminares. Otra causa de la presencia de ferrita puede ser el temple imperfecto del

material antes de la nitruración, en el que no se ha llegado a la austenización completa o también puede ser debido a la descarburación en el calentamiento del temple. Los mejores resultados se obtienen cuando la nitruración se hace sobre la martensita revenida; en cambio, con estructuras mixtas de ferrita y perlita o ferrita y sorbita, la capa exterior queda frágil. Finalmente, los aceros pueden descarburarse también durante el proceso de nitruración. El hidrógeno naciente que hay en los hornos debido a la disociación del amoníaco es descarburante, aunque su efecto a las bajas temperaturas que se emplean en el proceso no es muy acentuado. Durante la nitruración el contenido de carbono de la zona muy superficial se reduce mientras aumenta el de nitrógeno. Se ha señalado que nitrurando aceros de cromo, aluminio, molibdeno con 0,33 % en carbono a 510 °C durante 20 horas, el porcentaje de carbono en la superficie queda reducido a la mitad. Esta descarburación superficial durante la nitruración es la causa de que en las zonas más superficiales de las piezas no se obtenga la máxima dureza, encontrándose ésta un poco más al interior, donde la acción del carbono y del nitrógeno se refuerzan una a otra.

- **Variaciones en el porcentaje de disociación del amoníaco:** Pueden ser debidas a reacciones entre el gas y la superficie de los componentes del horno, a un cambio en el flujo de gas causado por un cambio en la presión en el interior del horno o a variaciones en la temperatura en el interior del horno.

- **Capa blanca demasiado profunda:** Puede ser debida a temperaturas de nitruración demasiado bajas, a un porcentaje de disociación por debajo del mínimo (15 %) durante la primera etapa, a una duración excesiva de la primera etapa de nitruración o a un porcentaje de disociación demasiado bajo durante la segunda etapa de nitruración.

3.16. La nitruración de los aceros inoxidables

Gracias a su alto contenido en cromo todos los aceros inoxidables pueden ser nitrurados en mayor o menor grado. Aunque la nitruración de estos aceros empeora su resistencia a la corrosión, mejora su dureza superficial y le confiere un coeficiente de fricción más bajo, con lo que mejora su resistencia a la abrasión.

- **Aleaciones ferríticas y austeníticas:** Los aceros austeníticos de la serie 300 son los más fáciles de nitrurar, habiendo sido nitrurados satisfactoriamente los del tipo 301, 302, 303, 304, 308, 309, 316, 321 y 347. Estas aleaciones no magnéticas no pueden ser endurecidas mediante un tratamiento térmico, permaneciendo el núcleo relativamente dúctil y quedando la superficie limitada a las cargas que pueda soportar. Esto es cierto también para los aceros inoxidables ferríticos no templables.

- **Aleaciones templables:** Las aleaciones martensíticas templables son capaces de producir un núcleo resistente que puede soportar las tensiones producidas por la capa nitrurada. Un temple seguido de un revenido a una temperatura de al menos 15 °C mayor a la temperatura de nitrurado debe preceder a la nitruración.

- **Condiciones previas:** Antes de ser sometidos a una nitruración gaseosa, la serie 300 de aceros y los aceros ferríticos no templables deben ser recocidos y sometidos a un alivio de tensiones. Son adecuados los tratamientos de recocido normalmente

empleados para obtener la máxima resistencia a la corrosión. La microestructura debe ser tan uniforme como sea posible. Los aceros martensíticos deben haberse sometido al temple y al revenido.

- **Preparación superficial:** La nitruración de los aceros inoxidable requiere cierta preparación superficial que no es necesaria para los aceros de baja aleación. Para empezar, la fina capa de óxido de cromo que normalmente protege el acero inoxidable de la corrosión debe ser eliminada. Si hay alguna duda sobre la total eliminación de esta fina capa de óxido de cromo es posible terminar de eliminar esta capa en el horno, reduciéndola en una atmósfera de hidrógeno o basada en agentes halógenos. Antes de ser nitruradas, todas las piezas de acero inoxidable deben estar perfectamente limpias y libres de partículas contaminantes. Tras depasivar el acero debe tenerse cuidado para no manchar su superficie con huellas dactilares. Es recomendable evitar los radios menores de 1,6 mm.

- **Ciclos de nitruración:** En general los aceros inoxidable son nitrurados en ciclos de etapa simple a una temperatura de entre 495 y 595 °C durante periodos de entre 20 y 48 horas, dependiendo del espesor de capa que se requiera. Los porcentajes de disociación para la nitruración de etapa simple varían entre el 20 y el 35 %. También puede usarse una nitruración de doble etapa, con un porcentaje de disociación de entre un 15 y un 30 % en la primera etapa y de entre un 35 y un 45 % en la segunda etapa. Por lo tanto, excepto por la operación de depasivado previa, la nitruración de los aceros inoxidable es similar a la de cualquier acero de baja aleación.

- **Aplicaciones:** Aunque la nitruración de los aceros inoxidable mejora su dureza superficial y su resistencia a la fricción, en general empeora su resistencia a la corrosión al formarse en su superficie nitruro de cromo como consecuencia de la combinación del alto contenido en cromo presente en el acero y del nitrógeno procedente de la nitruración. Por tanto, la nitruración de estos aceros no se recomienda para aplicaciones en las que la resistencia a la corrosión es más importante que la dureza superficial o la resistencia a la fricción. Esta claro que la resistencia a la corrosión de la superficie de un acero inoxidable nitrurado es menor que la resistencia a la corrosión del material base, aunque para ciertas aplicaciones la resistencia a la corrosión obtenida en la superficie es suficiente.

3.17. Inspección y control de calidad

Inspección visual

En ocasiones se hace evidente que una parte de la pieza no ha sido nitrurada adecuadamente. Normalmente las piezas nitruradas con gas exhiben una superficie de color gris mate. Si la superficie de la pieza aparece brillante tras la nitruración, es que en esa zona no ha penetrado bien el nitrógeno. No obstante, este hecho no puede ser asumido, y debe ser siempre comprobado por medios cuantitativos.

Los test de indentación se deben realizar usando cargas relativamente pequeñas, independientemente de la capa formada. Los test de microdurezas se hacen generalmente con cargas de entre 100 y 500 gramos.

Determinación y eliminación de la capa blanca

Normalmente, la superficie de las capas nitruradas contienen una capa de nitruro de hierro (capa blanca). Dependiendo del tipo de ciclo empleado y de su duración puede obtenerse un grosor de capa de entre 5 y 50 micras. El espesor de la capa blanca se suele medir por métodos metalográficos. Una sección de la pieza debidamente desbastada y pulida es atacada con un compuesto químico que oscurece la superficie exterior pero no la capa blanca; de esta manera, la capa aparece blanca y puede ser medida microscópicamente. La capa blanca producida en el ciclo de etapa simple es dura y quebradiza y debe ser cuidadosamente eliminada. La nitruración de etapa doble produce una capa blanca más tenue, blanda y dúctil. Para ciertas aplicaciones es beneficiosa, en algunos sistemas de engranajes, por ejemplo, ofrece una buena resistencia a la fricción: Un método (patente U.S. 3.069,296) para eliminar totalmente la capa blanca usa una solución alcalina que descompone el nitruro de hierro, deshaciéndolo y facilitando su eliminación mediante un granallado ligero. Para esta tarea se puede utilizar alúmina de 200 micras. Los test realizados no muestran un descenso en la resistencia a la fatiga, en la dureza ni en la resistencia al impacto; la superficie no se degrada ni se pica. Este proceso no requiere de un control demasiado preciso.

3.18. Ventajas de la nitruración

Las propiedades más notables de las piezas nitruradas son las siguientes:

- **Gran dureza:** Tras la nitruración se consiguen durezas elevadísimas que no se obtienen por otros procedimientos de endurecimiento superficial. Las piezas nitruradas pueden quedar con durezas comprendidas entre los 650 y los 1100 Vickers, según la composición del acero. Cuando interesa que la capa dura sea de gran tenacidad, conviene utilizar aceros que después de la nitruración queden con durezas relativamente bajas (650 a 850 Vickers) porque las capas nitruradas de máxima dureza tienen menor tenacidad.
- **Gran resistencia a la corrosión:** Los aceros, después de la nitruración, resisten mejor la acción corrosiva del agua dulce, agua salada, vapor o atmósferas húmedas que los aceros ordinarios, por lo que este proceso es muy utilizado para las piezas que deben sufrir la acción de ciertos agentes corrosivos. Su resistencia al ataque por metales o aleaciones fundidas de aluminio, cobre, etc. también es mucho mayor que la de los aceros ordinarios. En el caso de que interese la máxima resistencia a la corrosión, no deben rectificarse las piezas después de haber sido nitruradas.
- **Ausencia de deformaciones:** Como en el tratamiento de nitruración no es necesario enfriar las piezas rápidamente desde alta temperatura, en agua o aceite, se evitan los

grandes inconvenientes de los enfriamientos rápidos, que pueden dar origen a deformaciones importantes.

- **Endurecimiento exclusivo de determinadas superficies de las piezas:** Durante la nitruración se pueden proteger perfectamente las superficies de las piezas que no se desea endurecer, aunque sean de formas complicadas e irregulares, dejando libres para nitrurar exclusivamente las zonas que interesa endurecer.

- **Retención de las durezas a temperaturas elevadas:** Las capas nitruradas conservan gran dureza hasta los 500 °C, especialmente cuando la duración del calentamiento no es muy prolongada. Las piezas nitruradas mantienen a temperaturas elevadas durezas superiores a las que se consiguen con otros procedimientos de endurecimiento de la capa periférica, como la cementación, temple superficial, etc. ya que la capa dura, obtenida por estos métodos, pierde dureza muy rápidamente a partir de los 200 °C. Esa propiedad es muy interesante en determinadas piezas de máquinas en las que pueden presentarse sobrecalentamientos accidentales por falta de lubricación. En este caso, si el material está cementado, al disminuir la dureza de una pieza puede también agarrotarse el mecanismo, cosa que no ocurriría si el acero está nitrurado.

Capítulo 4

Otros tratamientos

4.1. Sulfinizado SurSulf

El sulfinizado SurSulf es un tratamiento termoquímico en baño de sales fundidas de una mezcla de cianatos y carbonatos, con la adición de sales de litio y productos azufrados, gracias al cual se difunde nitrógeno y azufre en la superficie de la pieza de acero tratada, dotándola de una resistencia al desgaste excepcional, así como gran dureza y buena resistencia a la corrosión.

El litio retarda la carbonatación del baño así como la aparición de indicios de cianuros en éste. También disminuye el punto de fusión de las sales y de este modo funden a partir de unos 400-410 °C. Añadiendo sulfuro de potasio, del orden de ppm, junto con aire, se consigue un equilibrio de los productos azufrados. El ión sulfito asegura un carácter no contaminante ya que oxida el cianuro a cianato, según la reacción:



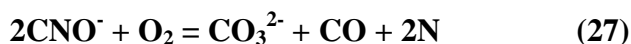
El ión sulfuro presente en el baño influirá en la composición, morfología y espesor de la capa de compuestos superficial.

Así, SurSulf está formado por tres tipos de sales: sal básica, sal regeneradora de tipo orgánica y sulfuro de potasio.

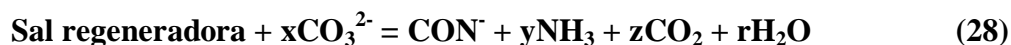
El nitrógeno, elemento activo de la nitruración, se forma según:



también por oxidación en la superficie:



La sal regeneradora tiene por objeto convertir los carbonatos en cianatos, con aparición de otro elemento activo de la nitruración como es el amoníaco:



Estas tres reacciones le confieren al baño un alto poder nitrurante.

Las piezas tratadas en SurSulf tienen una resistencia al desgaste mejorada debido a la formación de productos azufrados. Se obtiene también una mejora en cuanto al comportamiento a la fatiga debido al alto poder de nitruración del baño que hace que en las piezas se formen contracciones residuales de compresión muy elevadas, así como que se alcancen altas durezas en tiempos cortos. Se consigue buena resistencia a la corrosión atmosférica y salina, pues la resistencia a la corrosión varía en sentido inverso a la cantidad de azufre contenido en el baño.

4.2. Nitruración a presión

La nitruración a presión (patentes U.S. 2,596,981, 2,779,697 y 2,986,484) se diferencia de la nitruración gaseosa convencional en que ésta primera necesita de una cámara sellada capaz de soportar altas presiones en la cual se nitrurarán las piezas. No obstante, se ha demostrado que dentro de los límites prácticos, la profundidad y demás calidades de la capa nitrurada en la llamada nitruración a presión depende menos de la presión que del ratio entre la masa de amoníaco disponible y la superficie presente que reacciona con el gas.

- **Procedimiento:** Las superficies deben ser limpiadas y colocadas en una cámara de acero al carbono, que previamente ha sido vaciada de aire y llenada con amoníaco a la presión predeterminada. La presión que debe elegirse dependerá de la cantidad de superficie a nitrurar y del volumen de la cámara del horno. Es necesario suministrar entre 50 y 100 gramos de amoníaco por cada metro cuadrado de superficie a nitrurar. Después se calienta la cámara a la temperatura deseada durante el tiempo requerido por el ciclo, tras lo cual se enfría con aire, se ventila y se saca del horno. En la nitruración a presión el control exacto de la temperatura no es un factor crítico.

- **Ventajas:** La nitruración a presión provee de un método eficaz para nitrurar piezas con formas que serían difíciles de tratar mediante otros métodos. Se puede controlar la cantidad de capa blanca variando la cantidad de amoníaco al inicio del ciclo.

- **Desventajas:** Para restringir el grosor de la capa blanca a 0,00025-0,00050 mm, la profundidad de capa no debe superar los 0,50 – 0,63 mm. Al rellenar la cámara del horno con amoníaco es posible que se alcance la presión suficiente como para condensar parte del gas. Para evitar este problema se recomienda mantener la temperatura de la cámara a mayor temperatura que el tanque de suministro de amoníaco.

4.3. Nitruración brillante (Bright nitriding)

La nitruración brillante (patente U.S. 3,399,085 y 3,684,590) es una variante de nitruración gaseosa que emplea amoníaco e hidrógeno. La atmósfera gaseosa es retirada continuamente del horno y pasada a través de un filtro que controla la temperatura que

contiene una disolución acuosa de **NaOH** (sosa cáustica). Las trazas de **HCN** (cianuro de hidrógeno) que se han formado en el horno pasan a través del filtro y son eliminadas, mejorando así el potencial de nitruración. El filtro también estabiliza la atmósfera deseada en la cámara, reduciendo la tasa de formación de cianuros e inhibiendo la disociación del amoníaco en nitrógeno molecular e hidrógeno molecular. Mediante esta técnica se mejora el control sobre el potencial de nitruración de la atmósfera y pueden conseguirse piezas con muy poca o ninguna capa blanca. En el caso de que la capa blanca se forme, estará compuesta por la fase más dúctil, la γ' (**Fe₄N**).

4.4. Nitruración sólida

La nitruración sólida (patente U.S. 4,119,444), proceso análogo a la cementación sólida, emplea ciertos compuestos orgánicos nitrogenados como fuente de nitrógeno. Al calentarlos, estos compuestos forman productos que son relativamente estables a temperaturas de hasta 570 °C. La lenta descomposición de estos productos es la que genera la fuente de nitrógeno. Se pueden emplear tiempos de nitruración que van desde las 2 hasta las 16 horas. Las piezas se colocan en cestas o contenedores de vidrio, cerámica o aluminio junto con el compuesto nitrurante. Las cestas se cubren con papel de aluminio y son calentadas hasta la temperatura de nitruración mediante el método conveniente.

4.5. Nitruración iónica (por plasma)

Desde mediados de 1960, la nitruración mediante descarga luminiscente ha estado disponible comercialmente hablando. La nitruración iónica es una ampliación de los procesos convencionales de nitruración, pero usando la física del plasma. La nitruración iónica se realiza dentro de un reactor, donde se introduce nitrógeno a una presión de unos 3 torr. Se aplica una diferencia de potencial de unos centenares de voltios entre el ánodo, que generalmente está constituido por las paredes metálicas refrigeradas del reactor, y el cátodo, que está formado por las piezas a tratar, unidas a un soporte metálico. En estas condiciones se produce una descarga luminosa anormal debida a los iones formados. Estos iones se aceleran mediante el intenso campo eléctrico creado en las proximidades de las piezas, las cuales son bombardeadas de modo uniforme con una energía de varios watios/cm². La temperatura alcanzada en las piezas, que depende de la diferencia de potencial aplicada, es del orden de 450-570 °C.

Por el bombardeo iónico se producen, simultáneamente, dos fenómenos: 1) los iones metálicos se desprenden del cátodo (pulverización catódica) y pueden reaccionar con los iones gaseosos formando compuestos; 2) los elementos activos del gas ionizado se implantan y reaccionan con la superficie metálica creando un gradiente de concentración, que origina procesos de difusión; 3) calentamiento de la superficie de las piezas tratadas, lo cual favorece la difusión.

Industrialmente, la nitruración iónica se lleva a cabo colocando las piezas en hornos de vacío en los que se introduce la mezcla hidrógeno-nitrógeno a una presión

que puede oscilar entre 1 y 10 milibar y se aplica una diferencia de potencial entre los electrodos de entre 600 y 1000 voltios. Al aplicar diferencias de potencial próximas a la descarga del arco, la instalación de nitruración iónica debe poseer sistemas ultrarrápidos para cortar el arco en el mismo instante que se debe y así evitar calentamientos excesivos en las piezas a tratar. Las actuales instalaciones han resuelto este problema mediante sistemas patentados, que aseguran la correcta nitruración.

Las piezas a nitrurar se deben colocar a una distancia adecuada para que el voltaje productor del plasma nitrurante coincida con el idóneo y no esté influido por desigual separación. Además, es conveniente que la carga del horno esté constituida por piezas de composición análoga y dimensiones y formas muy parecidas.

La cinética del crecimiento de las capas de nitruros y de la capa de disolución sólida, en general, es más rápida con bombardeo iónico que por nitruración convencional. Esta ventaja se debe a la pulverización catódica, a las reacciones superficiales y a la implantación de los iones nitrógenos. El fenómeno de la pulverización catódica origina un decapado de las piezas a nitrurar, o lo que es lo mismo, una activación superficial. También se observa que en la nitruración convencional sólo son activos los iones y moléculas que poseen suficiente energía para superar las fuerzas de *Van der Waals* de los átomos metálicos de las caras externas de los cristales, mientras que en la nitruración iónica la posibilidad de reacción entre los iones que forman el plasma y los iones de la red cristalina es mucho más elevada.

Metalúrgicamente versátil, este proceso produce un control dimensional excelente y una retención de capa muy buena. El control de la composición de la capa blanca y de su grosor mejora las propiedades de fatiga del componente. La nitruración iónica tiene un alto grado de automatización, lo que asegura un alto grado de repetitividad en los resultados.

- **Estructura y propiedades de los aceros nitrurados iónicamente:** Como se muestra en la *Figura 21*, la nitruración iónica, al igual que otros métodos de nitruración, produce varias estructuras diferentes, entre las que se incluyen una capa blanca de nitruro de hierro en la superficie, una zona de finos nitruros de hierro Fe_4N y de otros elementos, que constituyen la mayor parte de la capa, y una zona en la que aparece nitrógeno intersticial que se extiende hasta llegar al material original.

La capa superficial de nitruro de hierro, comúnmente llamada capa blanca, ha sido recientemente renombrada, más apropiadamente, como capa de compuestos. La nitruración iónica ofrece la posibilidad de formar una capa blanca monofase con la estructura de Fe_4N , la γ' mostrada en la *Figura 21(a)*. El límite de profundidad de esta capa γ' es inherente al proceso, y es de un máximo de aproximadamente 10 micras. Aquellos aceros con más de un 6 o un 8 % de elementos aleantes inherentemente forman capas de composición de un espesor despreciable. Para formar la estructura γ' la mezcla de gases debe estar libre de carbono. Mezclas de gases con menos de un 25 % de nitrógeno suprimen totalmente la formación de la capa de compuestos.

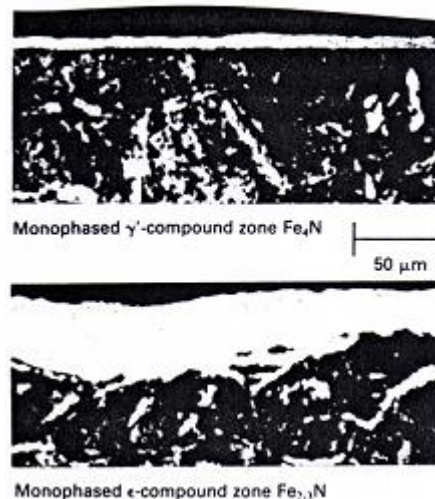


Figura 21: Microfotografía que muestra las capas de composición ϵ y γ' . (a) Zona de composición γ' monofásica (Fe_4N). (b) Zona de composición ϵ monofásica ($\text{Fe}_{2.3}\text{N}$ y Fe_3N).

Cuando las propiedades de fatiga son importantes lo más deseado en las nitruraciones iónicas es conseguir una capa muy tenue de compuestos γ' encima de una capa de difusión. Cuando la mezcla de gases contiene un componente carbonoso, como el metano, se obtiene una capa de compuestos ϵ ($\text{Fe}_2\text{N} - \text{Fe}_3\text{N}$) monofase, como se muestra en la *Figura 21(b)*. La dureza de la estructura ϵ es ligeramente superior a la γ' , y su ductilidad es menor.

El grosor de la capa ϵ no está limitada por el proceso de nitruración. Pueden conseguirse sin problemas espesores de 50 micras. En la industria se piden espesores de capa ϵ de entre 10 y 20 micras para los aceros al carbono y para el hierro fundido, en los que la dureza del núcleo habitualmente es baja. Se aplica para piezas que no tengan que soportar cargas demasiado elevadas y para zonas de contacto extensas (fuerzas pequeñas por unidad de área). Además de incrementar la resistencia mecánica de la pieza, el espesor de la capa es una buena barrera contra la corrosión. El tratamiento dura entre 2 y 4 horas a 570°C , parecido a otros procesos de nitrocarburoción de ciclo corto. Si la superficie es poco rugosa la superficie de composición es, sin embargo, de baja porosidad.

- Comparación de las estructuras de la zona de composición en la nitruración iónica y en la nitruración gaseosa: La nitruración gaseosa produce una capa de compuestos que es mezcla de nitruros γ' y ϵ . Estas fases se forman con un crecimiento volumétrico diferente, lo que provoca la aparición de grandes tensiones internas. La superficie de contacto entre ambas fases es débil. Capas de composición más gruesas, consecuencia de la nitruración gaseosa, limitan la relajación de las tensiones creadas como consecuencia de la estructura mixta. La suma del espesor, las tensiones internas y una superficie de contacto débil entre ambas fases, hace que la capa blanca pueda romperse bajo la acción de pequeñas cargas. Bajo cargas cíclicas, desconchamientos en la capa blanca pueden ser el inicio de una grieta que rompa la pieza por fatiga. Como se muestra en la *Figura 22*, la monofase γ' es más dúctil que la fase ϵ , y demuestra mejor resistencia a la fatiga. La reducción del espesor de la capa de compuestos nitrurada iónicamente mejora el comportamiento frente a la fatiga. Cuando el espesor de la capa de compuestos es cero, esta resistencia se maximiza.

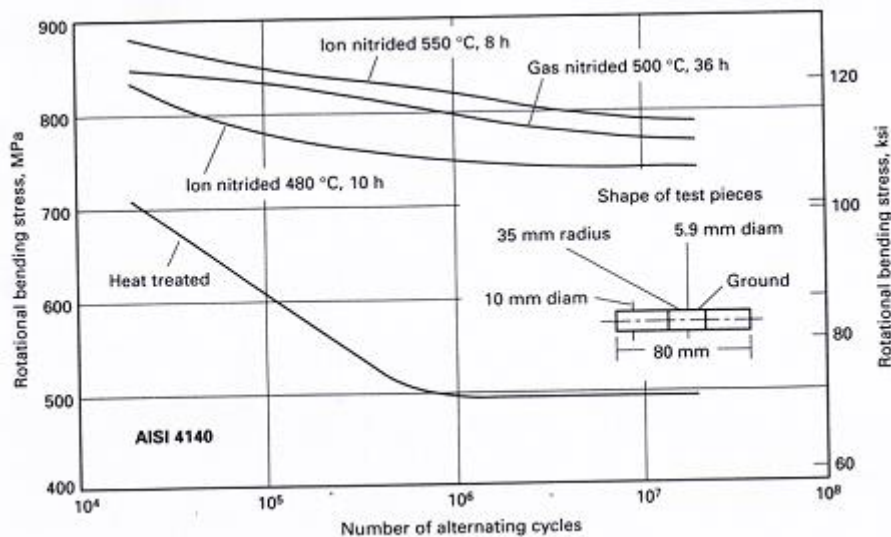


Figura 22: Influencia de la nitruración en la resistencia a fatiga.

- **Dureza de núcleo:** La mayor parte de la capa nitrurada corresponde a la llamada zona de difusión, donde pequeños precipitados de nitruros de hierro y otros elementos imparten dureza y resistencia. Como en otros procesos de nitruración, se desarrollan tensiones de compresión. Los gradientes de dureza que se consiguen con la nitruración iónica son similares a los conseguidos con la nitruración gaseosa, con la excepción de que en la zona más superficial se alcanzan durezas mayores como consecuencia de la utilización de una temperatura más baja a la habitual para la nitruración gaseosa. La concentración y el tamaño de los nitruros formados, junto con la dureza del material original, determinan la dureza de la capa nitrurada.

- **Ventajas e inconvenientes de la nitruración iónica:** La nitruración iónica consigue una alta repetitividad en los resultados y un control completo sobre la capa nitrurada. Este control brinda un comportamiento superior frente a las tensiones de fatiga, buena resistencia a la fricción y una capa blanca dura y dúctil. Además, el proceso asegura una alta estabilidad dimensional, elimina operaciones secundarias, ofrece unas temperaturas de operación bajas y produce piezas que retienen muy bien la superficie creada. También se pueden contar entre las ventajas:

- Ausencia total de contaminación.
- Uso eficiente del gas y de la energía eléctrica.
- Automatización total del proceso.
- Reducción en el tiempo de nitruración.

Entre las limitaciones de la nitruración iónica se cuentan su alto coste, necesidad de equipamiento muy preciso con conexiones eléctricas y un largo tiempo de ciclo comparado con otras nitrocarbuciones de ciclo corto.

- **Aplicaciones:** Elementos estructurales sujetos a cargas cíclicas, piezas que requieren buena estabilidad dimensional, componentes sometidos a fuerzas de rozamiento y piezas expuestas a una corrosión moderada.

- **Ejemplos:** Tornillería y cilindros para extrusión de plásticos, componentes de motores rotativos de combustión interna, componentes sincronizadores para mecanismos de transmisión, engranajes reductores para turbinas marinas, empujadores de embutición y matrices de forja en caliente.

Capítulo 5

Ensayos realizados

5.1. Metodología

En el presente estudio han sido realizados diferentes ensayos, a fin de caracterizar importantes propiedades de los aceros tratados como son la resistencia a la corrosión, la dureza superficial y de núcleo y la resistencia a fenómenos de fricción en seco. Estos ensayos han sido:

- Ensayos de resistencia a la corrosión en niebla salina, siguiendo la norma europea UNE 112-017-92.



Figura 23: Cámara de niebla salina Dycometal modelo SSC 400.

- Ensayo de fricción estática tipo *Pin-on-Disk* con sistema de adquisición de datos y control por ordenador, según normativa americana ASTM G99.

- Ensayo de microdurezas con microdurómetro Akashi, y determinación visual y experimental de microestructuras de núcleo y superficie de las piezas tratadas mediante microscopio y analizador de imagen LEICA, así como medición de las profundidades de capa siguiendo la norma alemana DIN 50 190-3.



Figura 24: Microscopio y analizador de imagen marca LEICA.

Pasos a seguir en el montaje de probetas

- Se coloca la pastilla en la cortadora automática de vaivén, asegurándola con las mordazas.
- Se cierra la tapa protectora y se procede a realizar el corte. Cuando la operación haya terminado se abre la tapa, se libera la pieza de las mordazas y se procede a la extracción de las dos mitades de la pieza original.



Figura 25: Cortadora automática de vaivén marca STRUERS, modelo Exotom.

- Si la superficie de corte ha quedado plana se procede con la operación de embutición. En caso contrario se desbasta hasta que quede plana.
- Se coloca la mitad que tenga superficie plana en la prensa hidráulica, con la cara plana hacia abajo. Se baja el pistón y se vierten unos 90 cm³ de resina acrílica transparente. Se tapa a rosca el cilindro de embutición y se procede con la operación de prensado.



Figura 26: Resina acrílica transparente marca PRESI.



Figura 27: Embutidora hidráulica marca STRUERS, modelo LaboPress-3.

- Una vez terminada la operación se extrae la probeta ya montada, se lijan los bordes para eliminar el filo y se coloca en la pulidora automática. Se irá variando el grado del papel de lija de grano grueso a medio, y de medio a fino. Para dar un acabado a espejo se sustituye el papel de lija por un paño bañado en disolución de alúmina y agua. Para terminar sólo queda secar la probeta con ayuda de una pistola de aire comprimido.



Figura 28: Pulidora automática marca BUEHLER, modelo AlphaBetaVector de doble plato.



Figura 29: Pistola de aire comprimido.

Pasos a seguir en el ataque químico

- El primer paso es colocarse unos guantes de látex, que protegerán de accidentes en caso de que se derramen agentes químicos sobre la piel.
- Seleccionar el agente químico apropiado. Para revelar la capa nitrurada se usa un reactivo tipo Nital, compuesto por un 95 % de alcohol etílico y un 5 % de ácido nítrico.
- Depositar la probeta en una cuba con la superficie metálica hacia arriba y, con ayuda de una pipeta, cubrir la superficie metálica de la probeta con el reactivo seleccionado. Aplicar un chorro de agua abundante en el momento en que se aprecie que la superficie metálica empieza a oscurecerse, de manera que los restos de reactivo queden eliminados. Generalmente basta con 8 segundos, aproximadamente, para que el Nital ataque la pieza.
- Por último secar la probeta con ayuda de una pistola de aire comprimido. Ahora la probeta está preparada para realizar el barrido de durezas. En este ensayo se usará un microdurómetro Akashi.



Figura 30: Microdurómetro marca Akashi, modelo MVK FIL.

Pasos a seguir en el ensayo de fricción

- Primero se procede al pesaje de la pastilla del acero tratado en la báscula electrónica de precisión.
- Se retira la tapa del aparato de medición y se coloca la pastilla en el centro de la plataforma giratoria. Se aprietan las fijaciones, se selecciona el radio de giro del brazo mediante una rueda graduada, se ajusta y se fija la bola de fricción en el extremo del brazo, se coloca el peso necesario en el extremo del brazo (en este caso será de 10 Newtons) y se vuelve a cerrar con tapa el aparato, cerrando las 2 fijaciones.
- En el programa de software se selecciona el peso colocado previamente y la velocidad con la que se quiere que gire la pieza, así como la distancia a recorrer hasta el fin del ensayo. A continuación se inicia el ensayo.
- Al terminar el ensayo se retira la tapa y, con ayuda de una llave Allen, se aflojan las fijaciones de la pieza. Se procede a pesar de nuevo la probeta en la báscula electrónica de precisión. La diferencia de masa será la masa perdida por el fenómeno de fricción en el transcurso del ensayo.

5.2. Ensayo de niebla salina

A continuación se analiza el comportamiento a oxidación de la piezas tratadas en un ensayo de corrosión en atmósferas artificiales, “Ensayo de niebla salina”, según dicta la norma española UNE 112-017-92.

El aparato de ensayo consta, entre otros dispositivos, de una cámara de pulverización, un dispositivo de calefacción y regulación de la temperatura, un dispositivo de pulverización y dos dispositivos de recogida. Las condiciones de ensayo así como otros requerimientos pueden consultarse en la norma.



Figura 31: Exterior de la cámara de niebla salina.

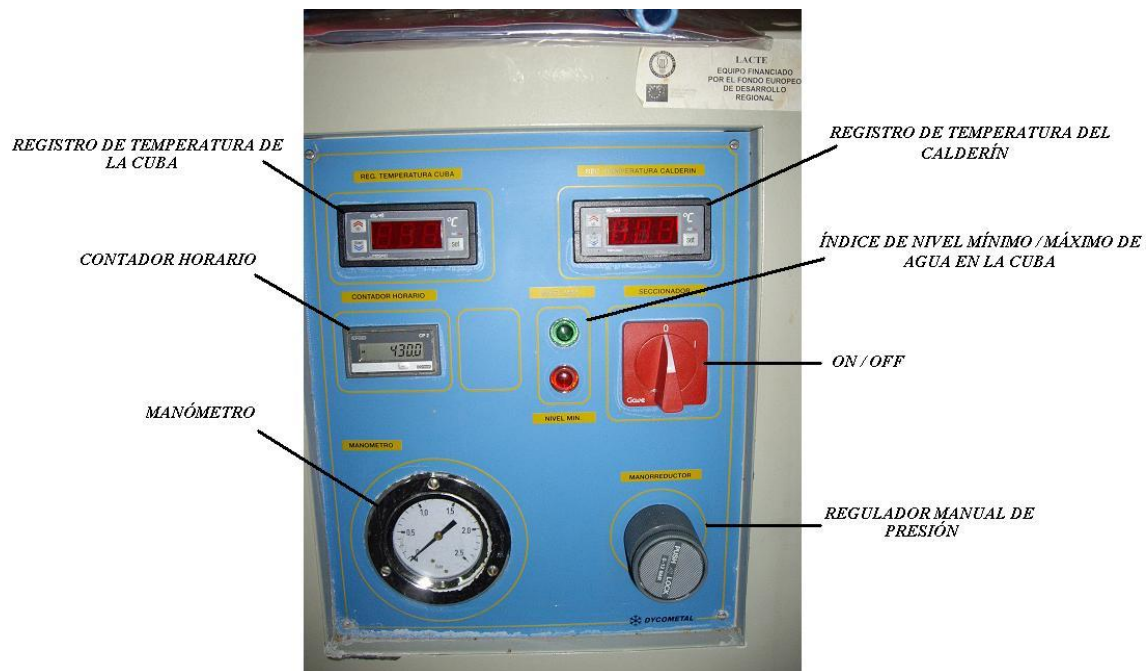


Figura 32: Panel de mando de la cámara de niebla salina.



Figura 33: Interior de la cámara de niebla salina.

Debido a la dificultad de colocar todas las piezas en la inclinación adecuada según dicta la norma, se ha optado por colocarlas verticalmente e ignorar la corrosión sufrida por la acumulación de disolución salina en la parte superior de las piezas.

Antes de introducir las piezas en la cámara de niebla salina se ha procedido a su marcado, con el fin de identificarlas una vez que hayan alcanzado determinado grado de corrosión. Se han marcado mediante dos procedimientos: en la parte superior se les ha rotulado el tipo de tratamiento termoquímico al que han sido sometidas con un rotulador indeleble. En el lateral se les ha grabado el tipo de acero del que están hechas con un lápiz de aire comprimido. De esta forma, en la parte superior de las piezas pueden leerse las letras **S** (sulfinizado), **NC 2** (temple + revenido + nitrocarburoción), **NC 1** (temple + revenido + nitrocarburoción a 580°C durante 12 h 53' con post-oxidación), **NC Sin** (nitrocarburoción a 580 °C durante 11 horas 30' + post-oxidación sin tratamiento térmico previo con post-oxidación) y **N t↑T↓** (temple + revenido + nitruración a 540°C durante 15 h 50').

De esta forma las piezas quedan como muestra la siguiente imagen:

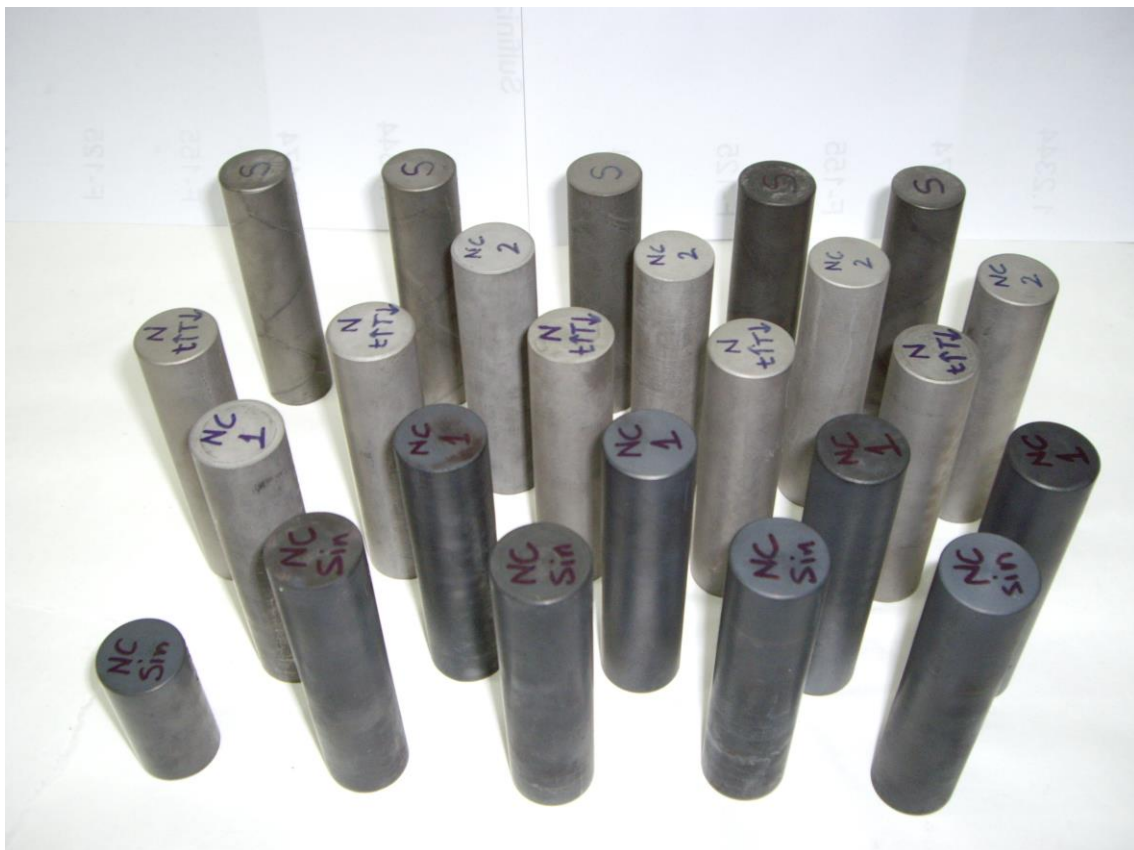


Figura 34: Aspecto de las piezas antes de ser introducidas en la cámara de niebla salina, ya rotuladas.

A continuación se muestran las fotografías tomadas, habiendo transcurrido un número variable de horas entre toma y toma. Las fotografías se organizan por tratamiento termoquímico aplicado, y ordenando a su vez las piezas de arriba debajo de acuerdo al acero del que están compuestas, como sigue: 1.2344, F-174, F-155, F-125 y F-114.

Estado original

Fotografías tomadas antes de introducir las piezas en la cámara. Estado original antes de sufrir ningún tipo de corrosión.



Figura 35: Piezas sometidas a NC 1 transcurridas 0 horas de ensayo.



Figura 36: Piezas sometidas a NC 2 transcurridas 0 horas de ensayo.



Figura 37: Piezas sometida a NC Sin transcurridas 0 horas de ensayo.

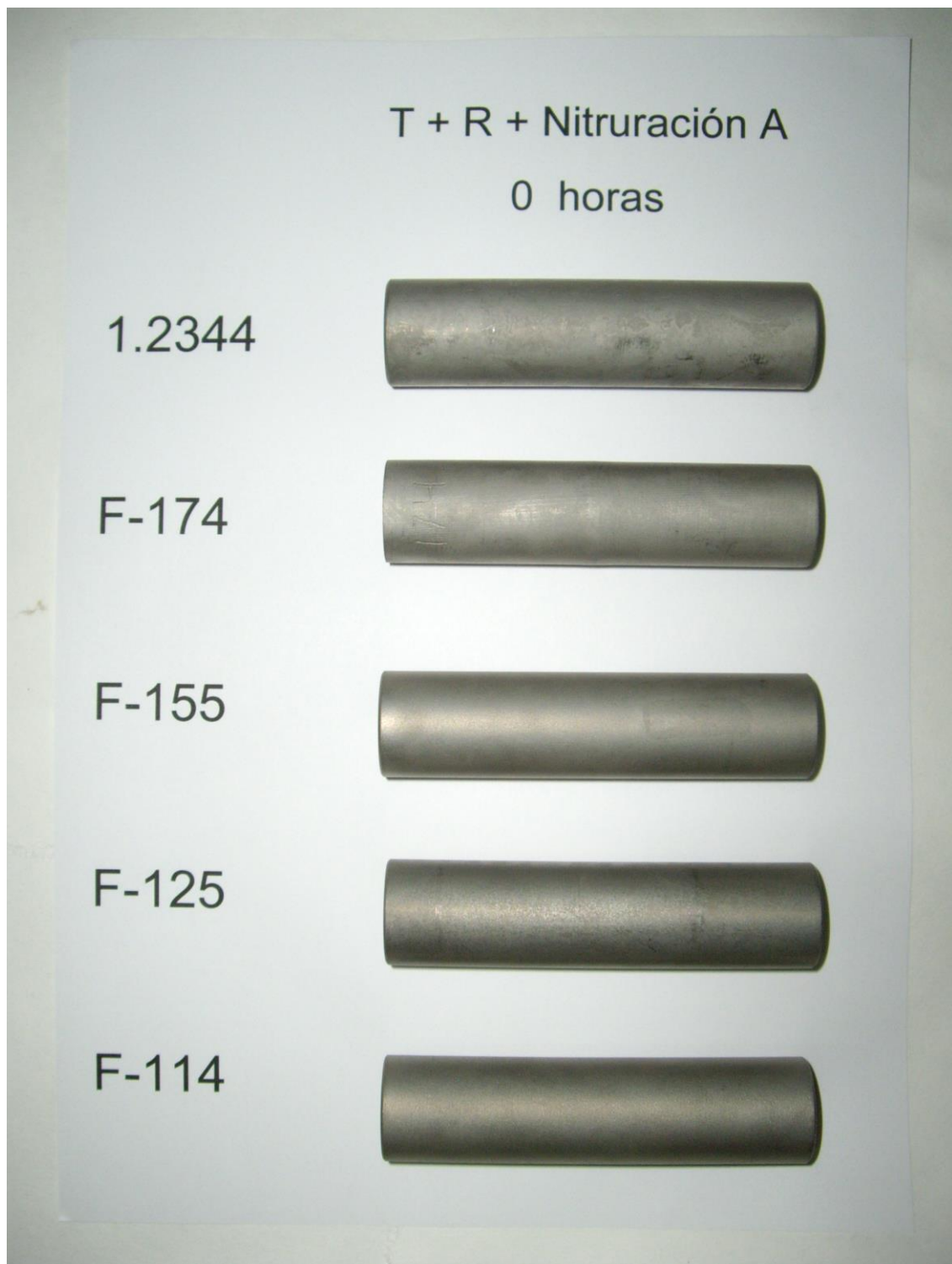


Figura 38: Piezas sometida a N t↑T↓ transcurridas 0 horas de ensayo.

Sulfinizado "SURSULF"

0 horas

1.2344



F-174



F-155



F-125



F-114



Figura 39: Piezas sometida a S transcurridas 0 horas de ensayo.

A continuación se procede a la colocación de las piezas en el interior de la cámara de niebla salina, ordenándolas de izquierda a derecha tal y como sigue: **NC Sin**, **NC 1**, **N \uparrow T \downarrow** , **NC 2** y **S**. Es conveniente que las piezas queden aproximadamente en el centro de la cámara, para lo que se usarán dos cestas, que elevan la posición relativa de las piezas respecto al suelo.



Figura 40: Piezas recién colocadas en la cesta, en el interior de la cámara de niebla salina.

Análisis transcurridas 2 horas

Fotografía a las 2 horas de haber introducido las piezas en la cámara de niebla salina. La disolución se ha empezado a acumular en la parte superior de las piezas y ha empezado la corrosión. Como se ha señalado antes, esta corrosión (así como la oxidación sufrida en la cara inferior de las piezas) será ignorada. No se han hecho fotografías organizadas por tratamiento termoquímico porque la corrosión es prácticamente nula en todas las piezas.



Figura 41: Aspecto de las piezas transcurridas 2 horas de ensayo.



Figura 42: Aspecto de las piezas transcurridas 2 horas de ensayo.

Análisis transcurridas 6 horas

Fotografía de la nitrocarburación NC 1, transcurridas 6 horas. Se observa que las piezas no han sufrido aún corrosión. Se tendrá en cuenta que la pieza 1.2344 fue sometida al mismo tratamiento de nitrocarburación que las otras piezas, exceptuando la post-oxidación al final del ciclo.



Figura 43: Piezas sometida a NC 1 transcurridas 6 horas de ensayo.

Fotografía de la nitrocarburation **NC 2**, transcurridas 6 horas. En las primeras horas de ensayo se puede intuir que la no post-oxidación de las piezas va a jugar un papel importante en la corrosión. En este caso ya se pueden distinguir zonas donde la oxidación ha empezado, como en la pieza F-155. En la F-174 y en la F-125 se observan puntos, pero aún no está claro si terminarán en corrosión por picaduras.



Figura 44: Piezas sometida a NC 2 transcurridas 6 horas de ensayo.

Fotografía de la nitrocarburation **NC Sin**, transcurridas 6 horas. Estas piezas, aunque no han sido templadas y revenidas antes de la nitrocarburation, han sido sometidas, al final del proceso, a una post-oxidación. Según lo que se espera, esto justifica que las piezas no hayan sufrido aún corrosión.

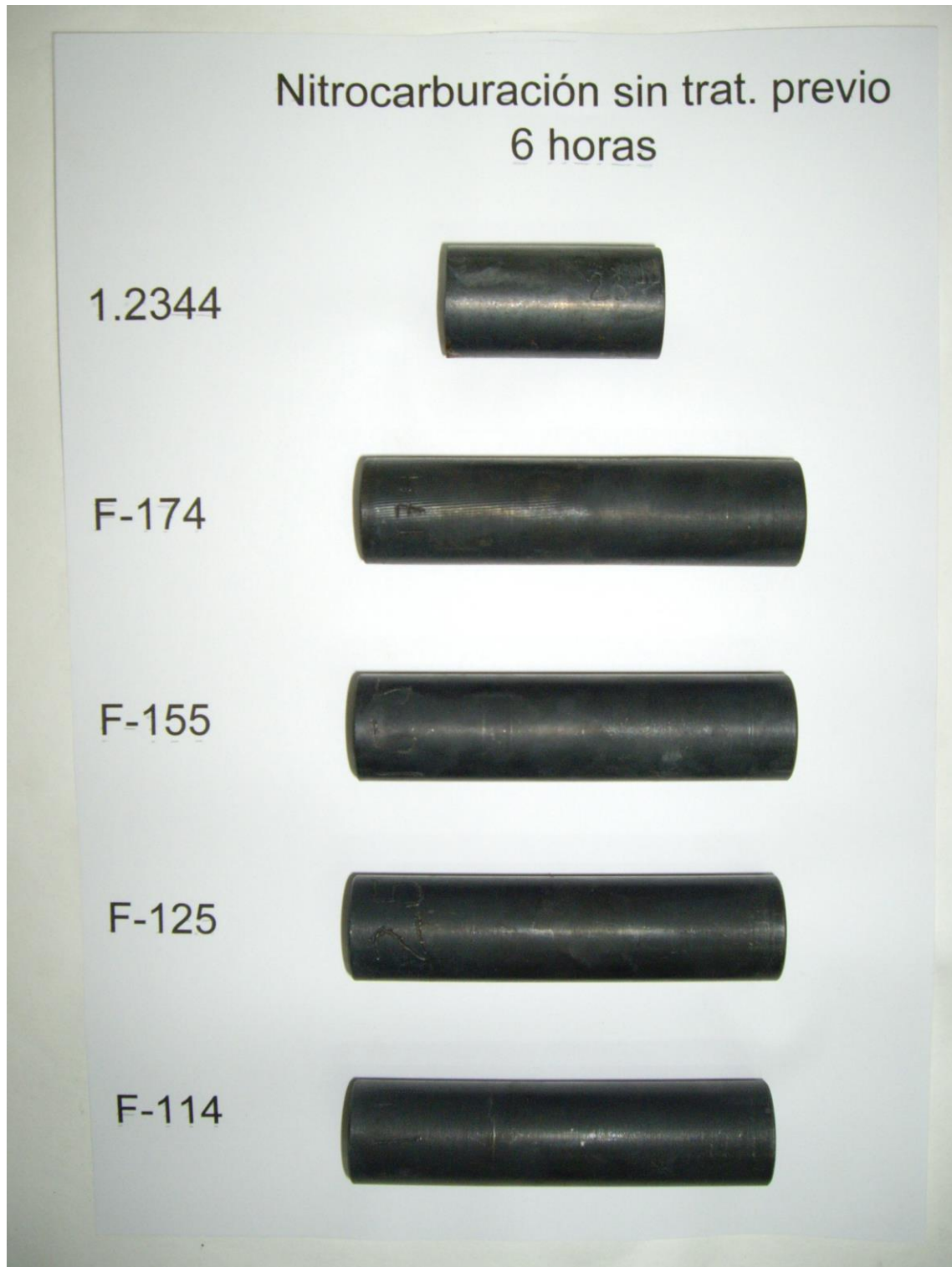


Figura 45: Piezas sometida a NC Sin transcurridas 6 horas de ensayo.

Fotografía de la nitruración $N \uparrow T \downarrow$, transcurridas 6 horas. Este tratamiento no lleva asociado un proceso de post-oxidación (de ahí que las piezas tengan un color más claro). Se espera que alcancen un porcentaje de superficie oxidada mayor en un periodo de tiempo menor al de los otros tratamientos. Las primeras fotografías favorecen esta teoría. Así mismo, puede observarse cómo la pieza 1.2344 ha empezado a corroerse en numerosos puntos, y la F-174 y F-125 han adquirido un color más ocre del que tenían originalmente.



Figura 46: Piezas sometida a $N \uparrow T \downarrow$ transcurridas 6 horas de ensayo.

Fotografía del sulfinizado SurSulf, transcurridas 6 horas. Se observa que, en lo que lleva de ensayo, las piezas no han sufrido ningún tipo de corrosión.



Figura 47: Piezas sometida a S transcurridas 6 horas de ensayo.

Análisis transcurridas 24 horas

Fotografía de la nitrocarburación NC 1, transcurridas 24 horas. Puede observarse cómo la pieza 1.2344, que no fue sometida al final del ciclo a la post-oxidación, muestra ya un 20 % de su superficie oxidada. Sin embargo, las demás piezas soportan la atmósfera corrosiva sin zonas de corrosión a excepción de la pieza F-125, que ha empezado a corroerse en el extremo superior.



Figura 48: Piezas sometida a NC 1 transcurridas 24 horas de ensayo.

Fotografía de la nitrocarburoación **NC 2**, transcurridas 24 horas. Los puntos de corrosión observados a las 6 horas de ensayo se han extendido y ya forman una capa de corrosión bien definida. La pieza F-155 también presenta zonas oxidadas amplias.



Figura 49: Piezas sometida a NC 2 transcurridas 24 horas de ensayo.

Fotografía de la nitrocarburación **NC Sin**, transcurridas 24 horas. Las piezas siguen sin mostrar signos aparentes de corrosión, a excepción de la pieza 1.2344 que muestra un leve comienzo de corrosión. La pieza F-125 presenta una pequeña mancha de corrosión en la hendidura producida al marcar el tipo de acero. Esto no se tendrá en cuenta ya que se ha producido al quedarse estancada la disolución.



Figura 50: Piezas sometida a NC Sin transcurridas 24 horas de ensayo.

Fotografía de la nitruración $N \uparrow T \downarrow$, transcurridas 24 horas. Como se preveía las piezas sometidas a nitruración se corroen rápidamente. Todas las piezas muestran ya signos evidentes de oxidación, algunas con hasta un 30 % de superficie corroída. La pieza F-155 y la F-114 son las que mejor soportan la atmósfera oxidante. Además, en la pieza F-114 comienza a distinguirse una zona preferencial de corrosión.



Figura 51: Piezas sometida a $N \uparrow T \downarrow$ transcurridas 24 horas de ensayo.

Fotografía del sulfinizado SurSulf, transcurridas 24 horas. Junto con el nitrocarburado NC Sin, el sulfinizado es el tratamiento que mejor soporta el medio corrosivo. Todas las piezas presentan algún punto muy acotado de oxidación pero de área despreciable en comparación con las piezas sometidas a los demás tratamientos.



Figura 52: Piezas sometida a S transcurridas 24 horas de ensayo.

Análisis transcurridas 48 horas

Fotografía de la nitrocarburoación NC 1, transcurridas 48 horas. La pieza 1.2344 y la pieza F-125 presentan una mayor superficie oxidada, de un 30 y un 10 % respectivamente. En la pieza F-125 ha aparecido una pequeña zona de corrosión en el centro, mientras que en las piezas F-174 y F-114 aún no aparece ningún signo evidente de corrosión.



Figura 53: Piezas sometida a NC 1 transcurridas 48 horas de ensayo.

Fotografía de la nitrocarburación **NC 2**, transcurridas 48 horas. La pieza 1.2344 ha alcanzado un 25 % de superficie corroída, la pieza F-174 un 30 %, la pieza F-155 un 25 % y la pieza F-114 un 10 % de superficie corroída.

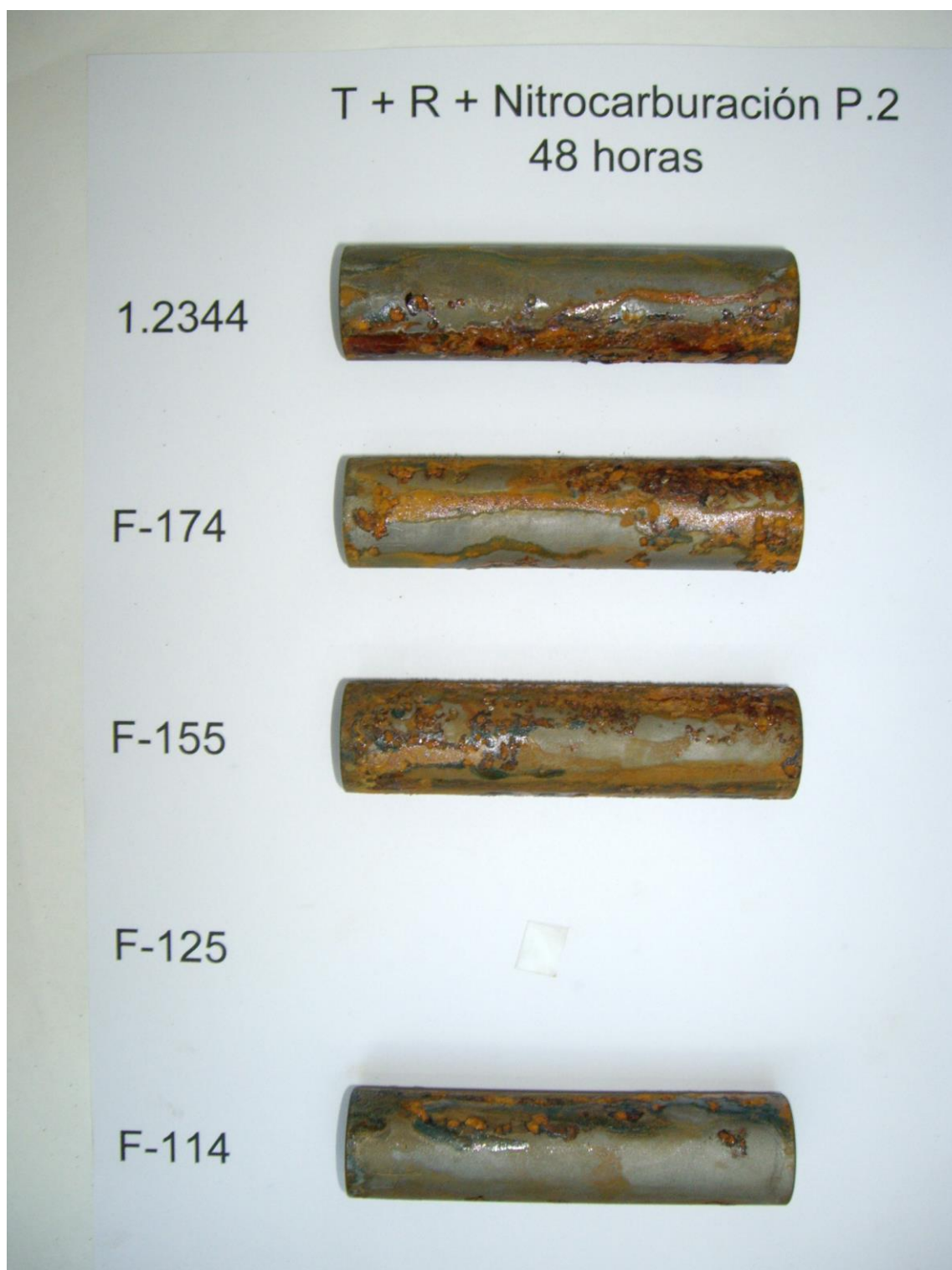


Figura 54: Piezas sometida a NC 2 transcurridas 48 horas de ensayo.

Fotografía de la nitrocarburation **NC Sin**, transcurridas 48 horas. Se observa un aumento de la superficie corroída en la pieza 1.2344. Además, comienzan a aparecer puntos localizados de oxidación en la pieza F-174 y F-114. La oxidación de las piezas F-155 y F-125 se ha producido por el estancamiento de disolución y no se tendrán en cuenta.



Figura 55: Piezas sometida a NC Sin transcurridas 48 horas de ensayo.

Fotografía de la nitruración $N \uparrow T \downarrow$, transcurridas 48 horas. Las piezas 1.2344 y F-174 presentan un porcentaje de superficie corroída de más del 80 %, la F-155 de un 50 %, la F-125 de un 65 % y la F-114 de un 30 %, aproximadamente. Las marcas longitudinales que aparecen en algunos extremos de las piezas se practicaron para facilitar su identificación, ya que la capa de óxido había cubierto el grabado lateral.



Figura 56: Piezas sometida a $N \uparrow T \downarrow$ transcurridas 48 horas de ensayo.

Fotografía del sulfinizado SurSulf, transcurridas 48 horas. Todas las piezas permanecen prácticamente en el mismo estado en el que estaban transcurridas 24 horas.



Figura 57: Piezas sometida a S transcurridas 48 horas de ensayo.

Análisis transcurridas 134 horas

Fotografía de la nitrocarburation NC 1, transcurridas 134 horas. La pieza 1.2344 es en la que más ha aumentado el porcentaje de superficie corroída, alcanzando casi un 90 %. También la pieza F-125 tiene una zona oxidada ligeramente más amplia que la fotografía anterior. La corrosión de la pieza F-155 se ha extendido muy poco a partir de la pequeña zona oxidada que apareció a las 48 horas, y las piezas F-174 y F-114 siguen prácticamente sin cambios.



Figura 58: Piezas sometida a NC 1 transcurridas 134 horas de ensayo.

Fotografía de la nitrocarburación **NC 2**, transcurridas 134 horas. Este tipo de nitrocarburación está resultando ser la que peor soporta el ensayo de corrosión en atmósfera de niebla salina. La superficie corroída de todas las piezas se ha multiplicado por dos, y en el caso de la pieza F-155 el porcentaje ha alcanzado prácticamente el 100 % de su superficie.



Figura 59: Piezas sometida a NC 2 transcurridas 134 horas de ensayo.

Fotografía de la nitrocarburation **NC Sin**, transcurridas 134 horas. En las piezas 1.2344 y F-174 ha aumentado significativamente el porcentaje de superficie corroída hasta un 30 y un 20 %, respectivamente. La corrosión en las piezas F-125 y F-114 ha comenzado a extenderse.



Figura 60: Piezas sometida a NC Sin transcurridas 134 horas de ensayo.

Fotografía de la nitruración N \uparrow T \downarrow , transcurridas 134 horas. Se puede considerar que la corrosión en las piezas 1.2344 y F-174 ha alcanzado el 100 % de la superficie. Las piezas F-155, F-125 y F-114 tienen un porcentaje oxidado de más del 90 %. Este tratamiento es por tanto el que peor resultados obtiene en el ensayo de corrosión en atmósfera de niebla salina. A partir de este punto se dejarán de tomar fotografías de este tratamiento.



Figura 61: Piezas sometida a N \uparrow T \downarrow transcurridas 134 horas de ensayo.

Fotografía del sulfinizado SurSulf, transcurridas 134 horas. Todas las piezas se han corroído de forma similar, y han alcanzado aproximadamente el mismo porcentaje de superficie oxidada.



Figura 62: Piezas sometida a S transcurridas 134 horas de ensayo.

Análisis transcurridas 168 horas

Fotografía de la nitrocarburação NC 1, transcurridas 168 horas. La superficie oxidada en la pieza 1.2344 es de prácticamente el 100 %, y ha sido la pieza que peor se ha comportado dentro del grupo de nitrocarburação NC 1. En la pieza F-174 ha aparecido una zona localizada de corrosión, y en las demás piezas la corrosión ha avanzado por igual.



Figura 63: Piezas sometida a NC 1 transcurridas 168 horas de ensayo.

Fotografía de la nitrocarburación **NC 2**, transcurridas 168 horas. La corrosión ha avanzado uniformemente en todas las piezas.

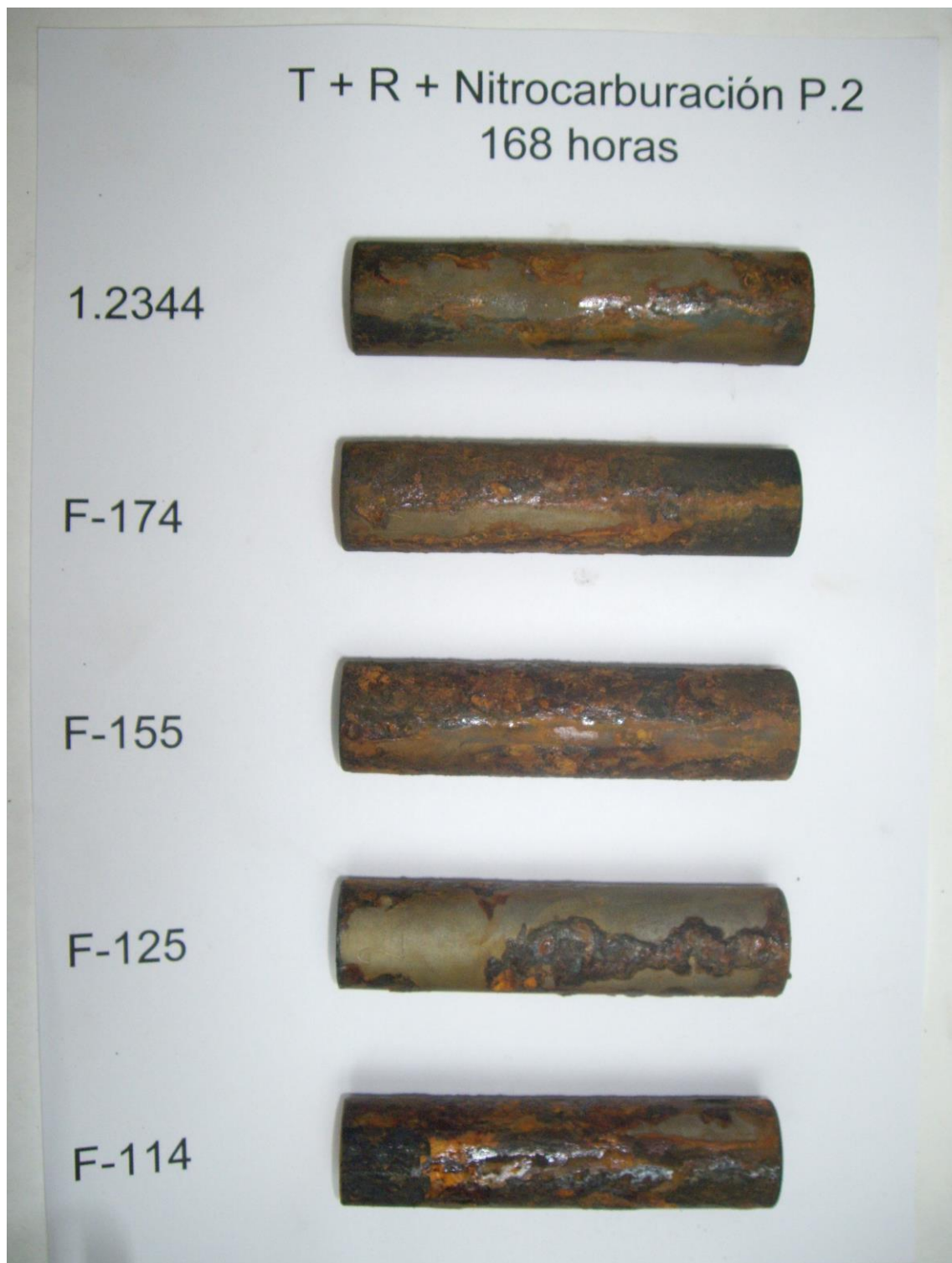


Figura 64: Piezas sometida a NC 2 transcurridas 168 horas de ensayo.

Fotografía de la nitrocarburación **NC Sin**, transcurridas 168 horas. La corrosión ha avanzado levemente en las piezas F-155, F-125 y F-114. Las piezas 1.2344 y F-174 permanecen prácticamente sin cambios.



Figura 65: Piezas sometida a NC Sin transcurridas 168 horas de ensayo.

Fotografía de la sulfonización SurSulf, transcurridas 168 horas. Todas las piezas se han corroído a la misma velocidad, y han alcanzado todas ellas aproximadamente un 50 % de superficie oxidada.



Figura 66: Piezas sometida a S transcurridas 168 horas de ensayo.

Análisis transcurridas 240 horas

Fotografía de la nitrocarburación NC 1, transcurridas 240 horas. La corrosión de la pieza 1.2344 ha cubierto ya el 100 % de su superficie. La corrosión en las demás piezas transcurre a la misma velocidad y ha alcanzado en todas ellas aproximadamente un 50 % de su superficie.



Figura 67: Piezas sometida a NC 1 transcurridas 240 horas de ensayo.

Fotografía de la nitrocarburación **NC 2**, transcurridas 240 horas. La corrosión en las piezas F-174 y F-155 ha sobrepasado ya el 95 % de superficie. En las piezas 1.2344 y F-114 ronda el 80-85 %, mientras que en la pieza F-125 la superficie corroída no alcanza el 80 %.



Figura 68: Piezas sometida a NC 2 transcurridas 240 horas de ensayo.

Fotografía de la nitrocarburación **NC Sin**, transcurridas 240 horas. La pieza nitrocarburada sin tratamiento previo 1.2344 ha sido, de su grupo, la que peor comportamiento ha tenido al ensayo de corrosión en niebla salina con más de un 65 % de superficie oxidada. Le sigue la pieza F-174 con un 50 % de superficie oxidada, la F-125 con un 35 % de superficie oxidada y las piezas F-155 y F-114 con aproximadamente un 20 % de superficie oxidada.



Figura 69: Piezas sometida a NC Sin transcurridas 240 horas de ensayo.

Fotografía del sulfinizado SurSulf, transcurridas 240 horas. La corrosión ha avanzado por igual en todas las piezas. Este tratamiento ha soportado el ensayo de corrosión con una superficie final oxidada de entre el 80 y el 90 %.



Figura 70: Piezas sometida a S transcurridas 240 horas de ensayo

5.3. Ensayos de microdureza

En este apartado pueden verse los datos obtenidos tras realizar los barridos de dureza en los diferentes aceros. Todas las indentaciones se han hecho con una masa de 100 gramos durante 8 segundos. Se ha utilizado un microdurómetro Akashi modelo MVK FII. Se han construido gráficas comparativas entre los distintos aceros y los distintos tratamientos. Los datos originales pueden ser consultados en el apartado Anexos.

Análisis de acuerdo al acero tratado

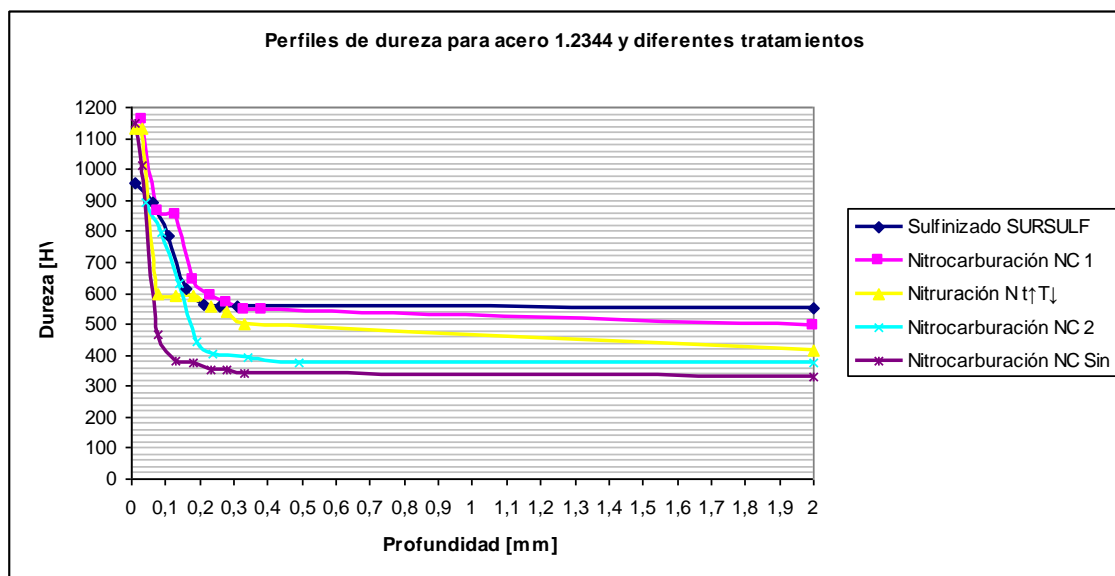


Figura 71: Barrido de durezas para el acero 1.2344.

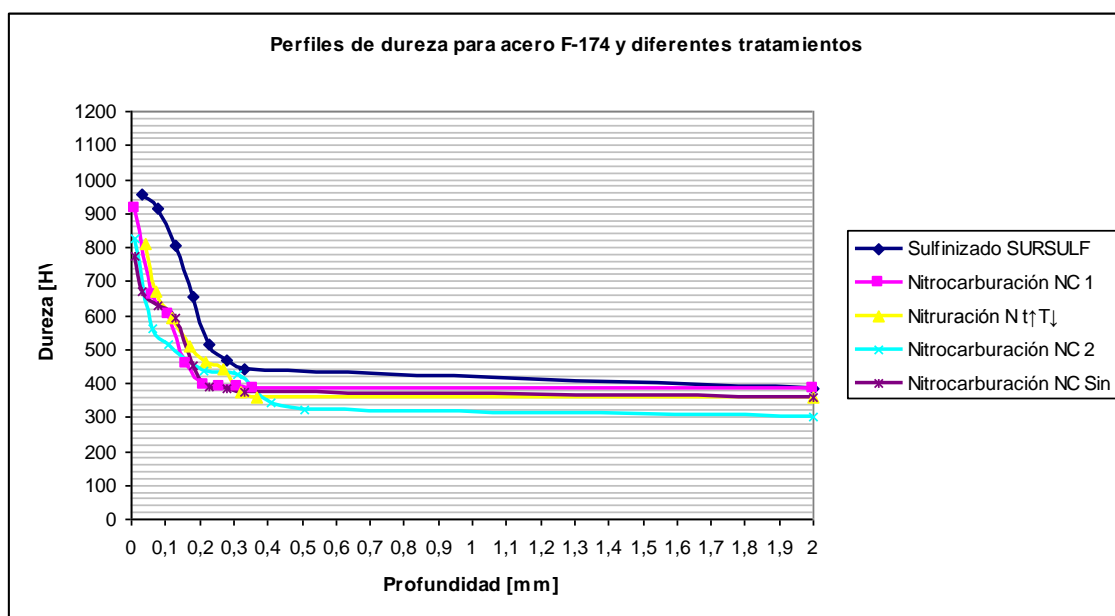


Figura 72: Barrido de durezas para el acero -174.

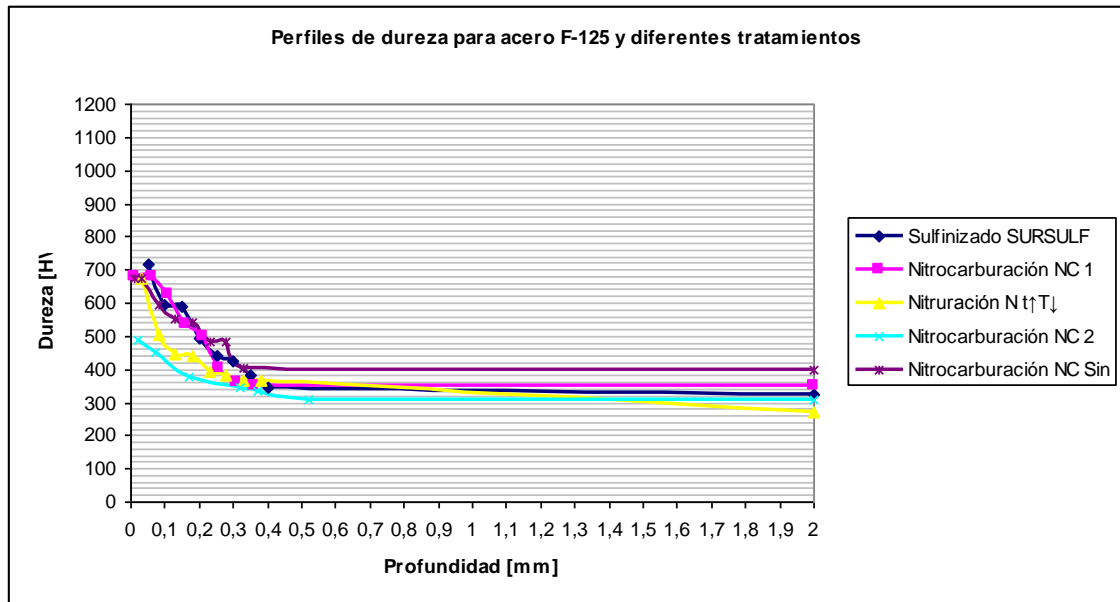


Figura 73: Barrido de durezas para el acero F-125.

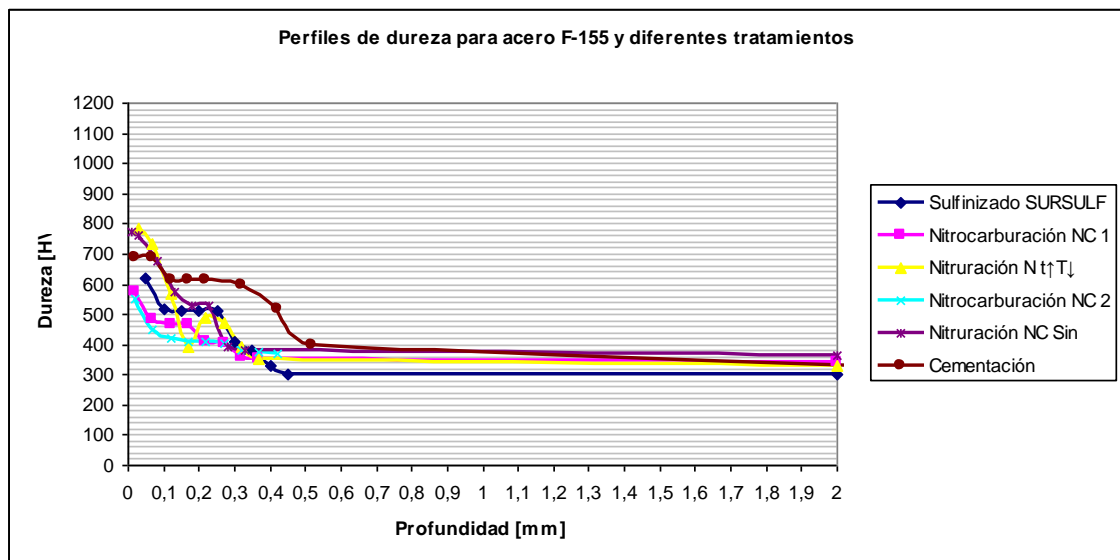


Figura 74: Barrido de durezas para el acero F-155.

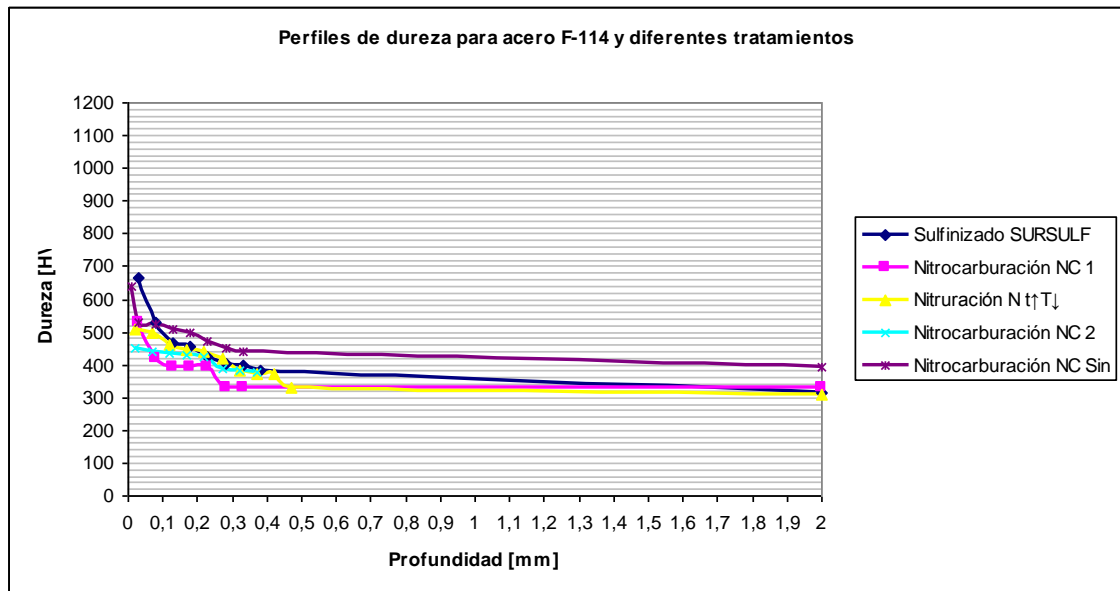


Figura 75: Barrido de durezas para el acero F-114.

Análisis de acuerdo al tratamiento empleado

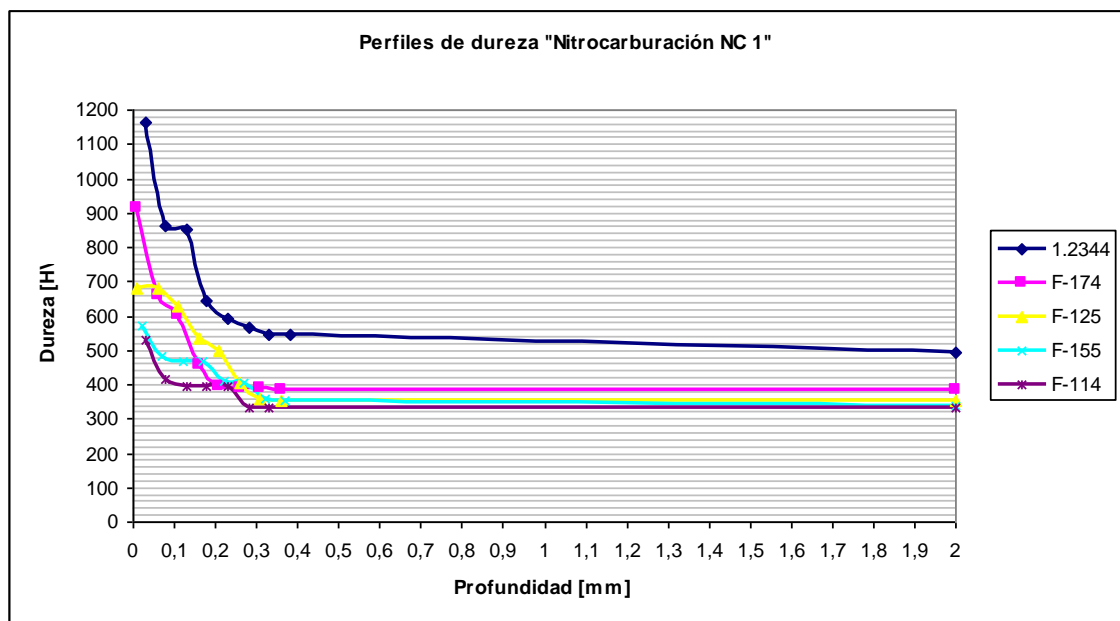


Figura 76: Barrido de durezas para el tratamiento nitrocarbución NC 1

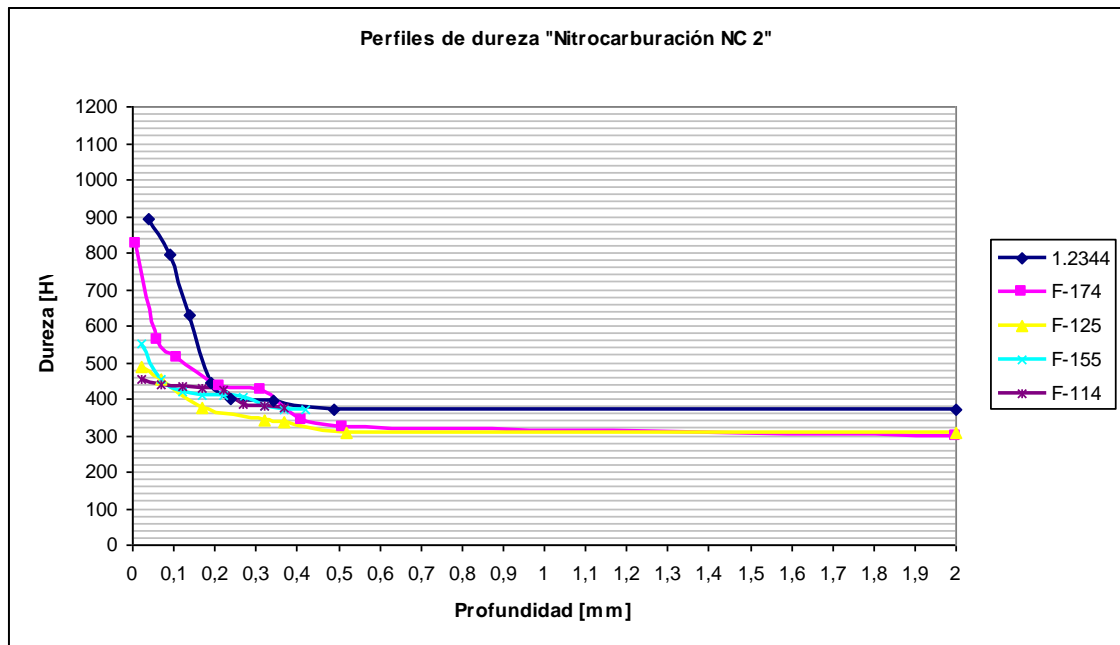


Figura 77: Barrido de durezas para el tratamiento nitrocarburação NC 2

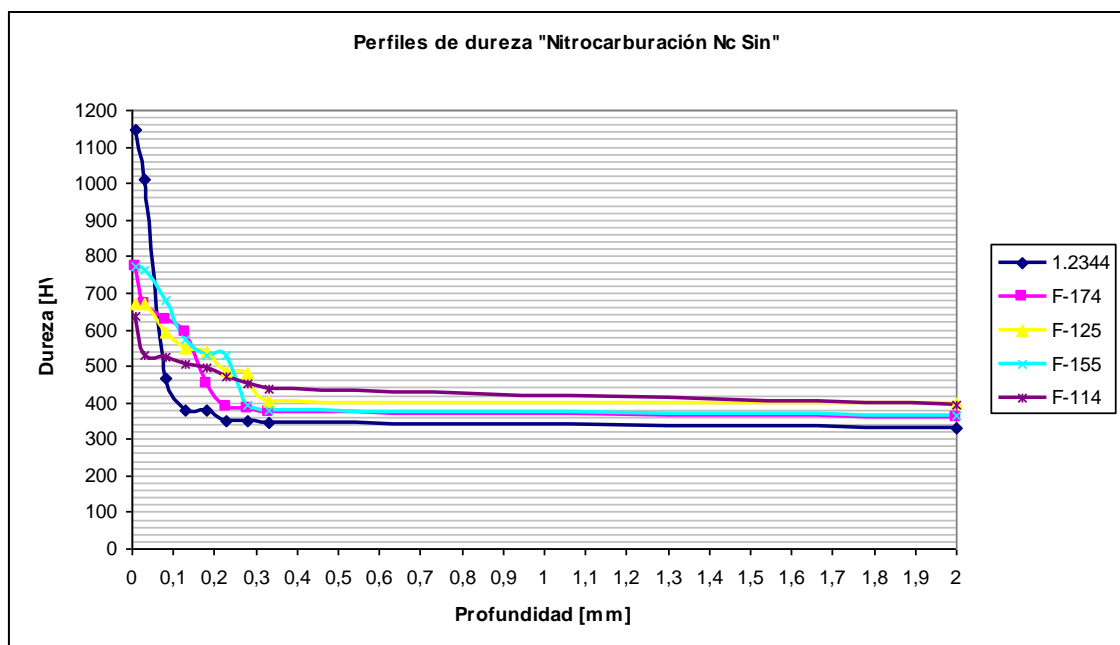


Figura 78: Barrido de durezas para el tratamiento nitrocarburação NC Sin

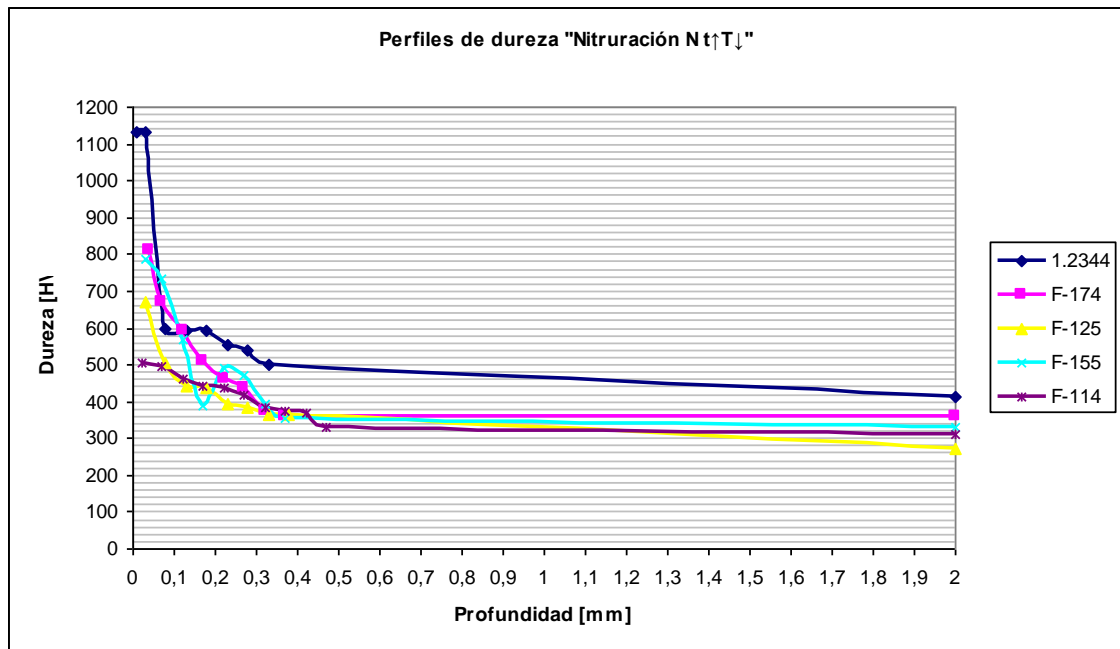


Figura 79: Barrido de durezas para el tratamiento nitruración N t↑T↓

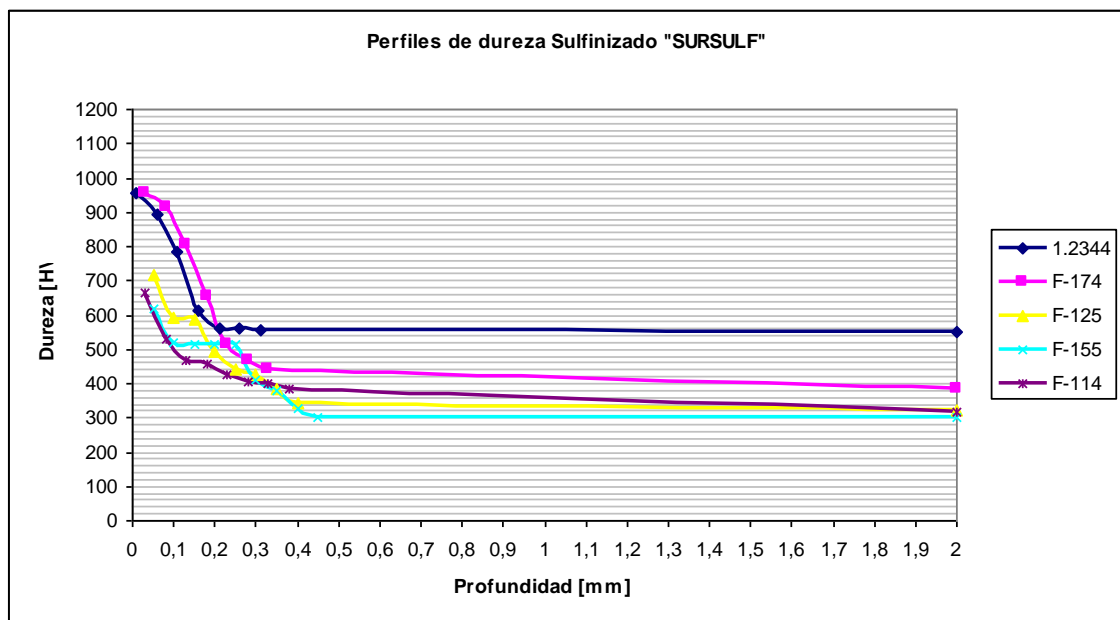


Figura 80: Barrido de durezas para el tratamiento SurSulf

5.4. Ensayos de fricción y su relación con la dureza superficial

En esta sección se muestran los resultados obtenidos en los ensayos de fricción, y se analizará el porqué de dichos resultados. Se crearán y comentarán nuevas gráficas que facilitaran la comprensión de los datos.

Han sido realizados dos ensayos de fricción por acero y tratamiento. Se han plasmado los resultados en una sola gráfica con objeto de prever la tendencia que seguiría el coeficiente de rozamiento en caso de haberse prolongado en el tiempo el ensayo.

Nitrocarburação NC Sin

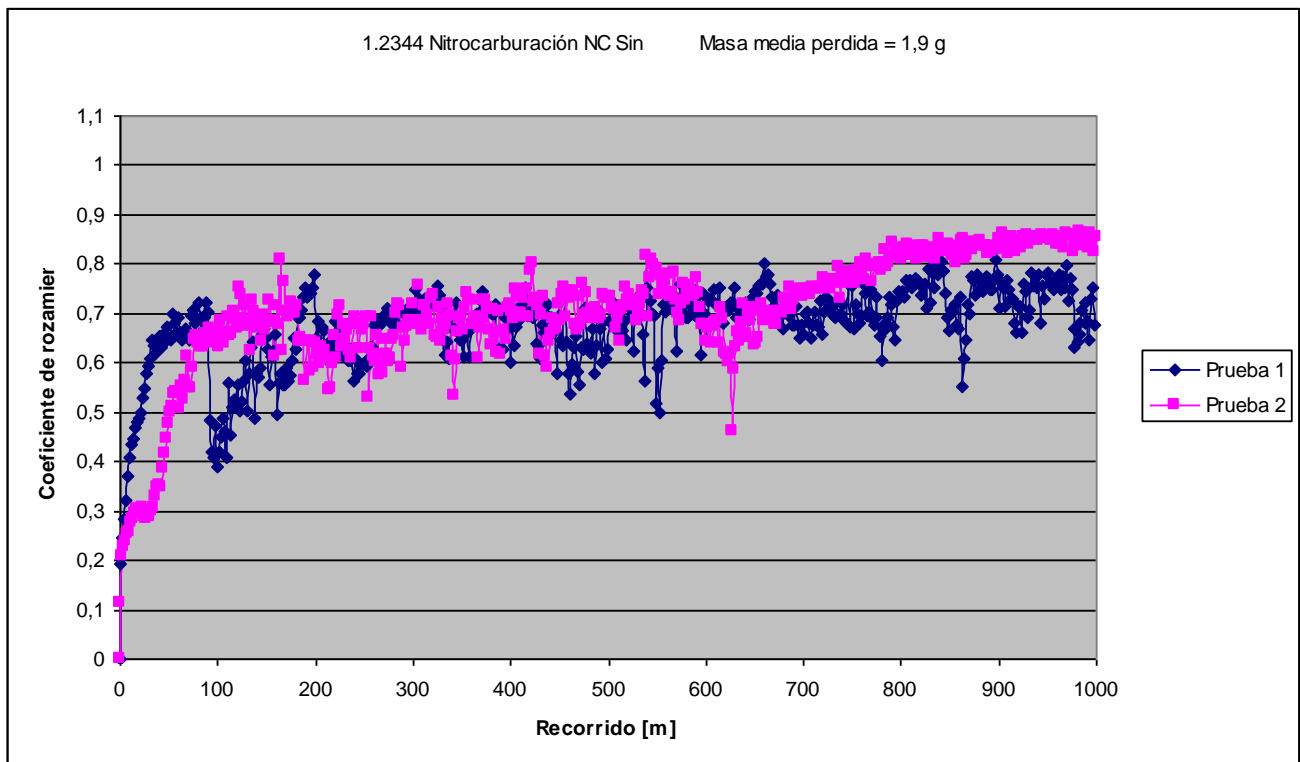


Figura 81: Gráfica Coeficiente de rozamiento vs. Recorrido del acero 1.2344 nitrocarburação tipo NC Sin

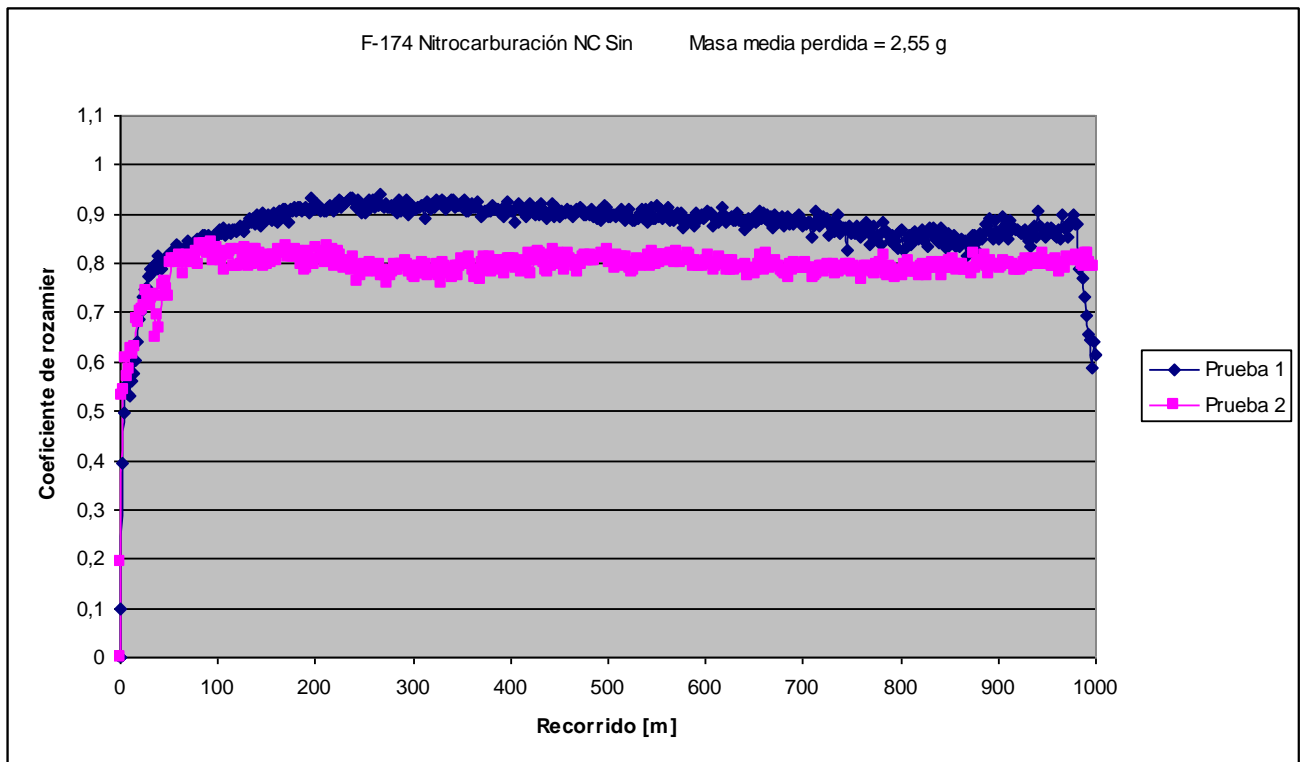


Figura 82: Gráfica Coeficiente de rozamiento vs. Recorrido del acero F-174 nitrocarburação tipo NC Sin

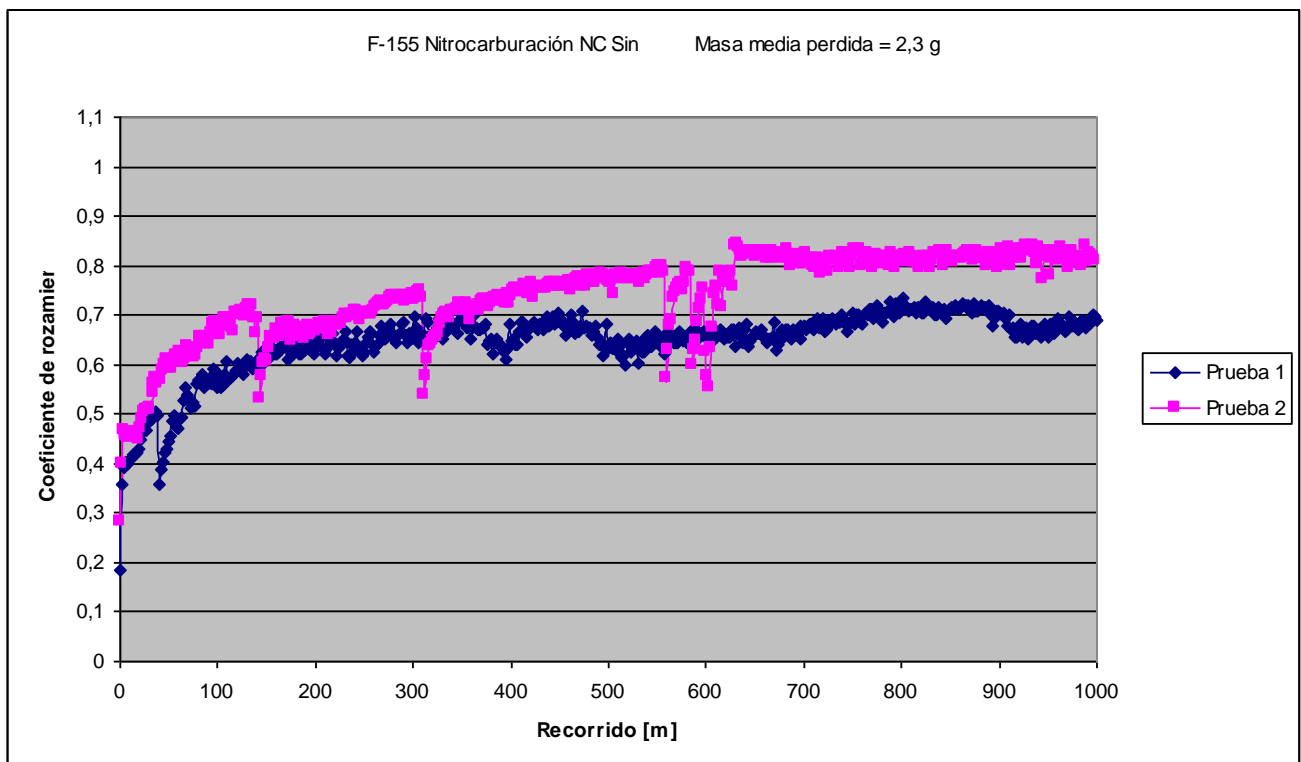


Figura 83: Gráfica Coeficiente de rozamiento vs. Recorrido del acero F-155 nitrocarburação tipo NC Sin

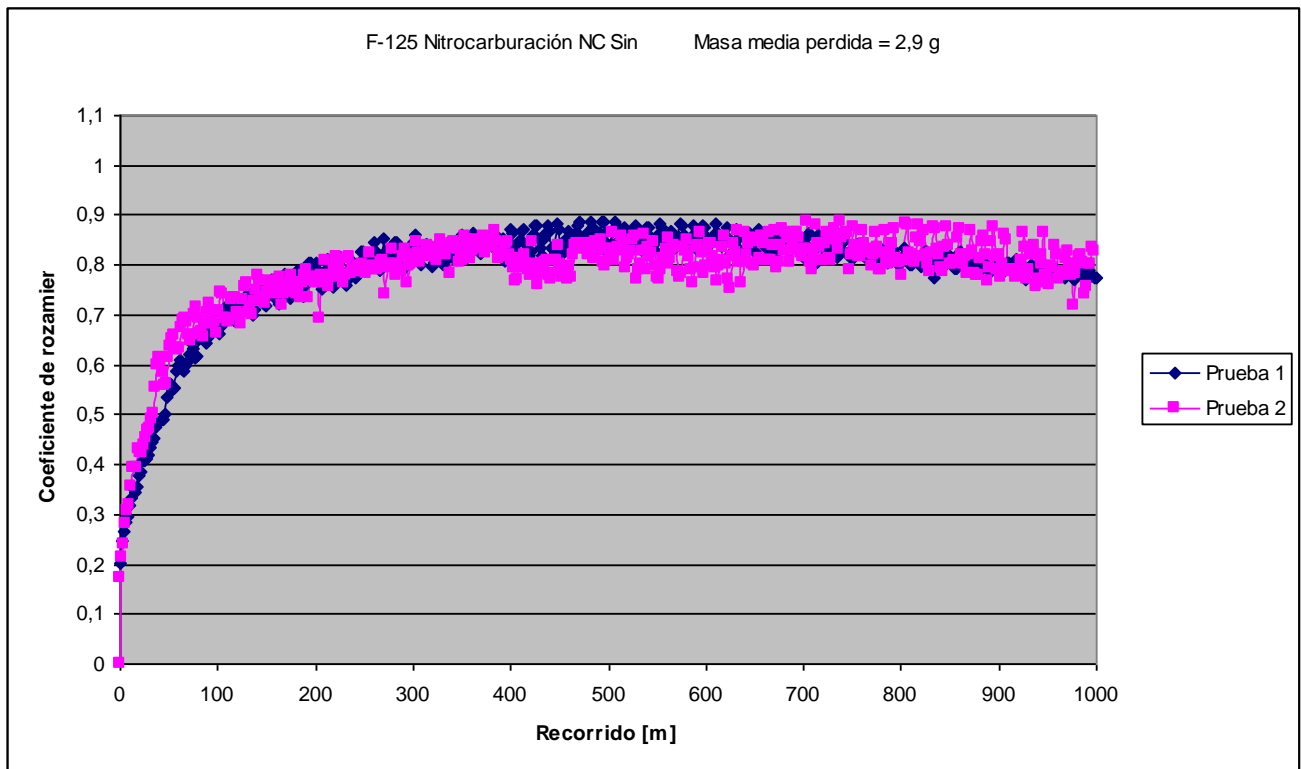


Figura 84: Gráfica Coeficiente de rozamiento vs. Recorrido del acero F-125 nitrocarburación tipo NC Sin

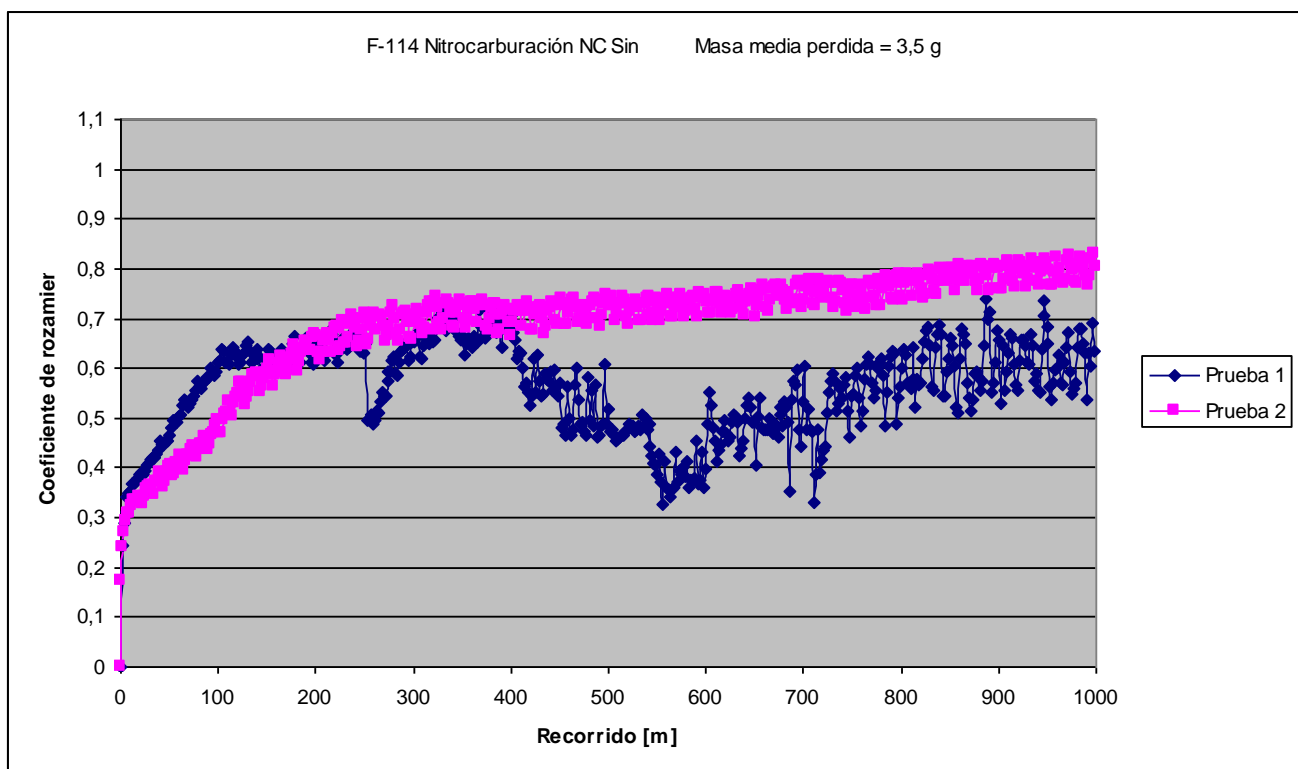


Figura 85: Gráfica Coeficiente de rozamiento vs. Recorrido del acero F-114 nitrocarburación tipo NC Sin

8.2. Nitruración N $t \uparrow T \downarrow$

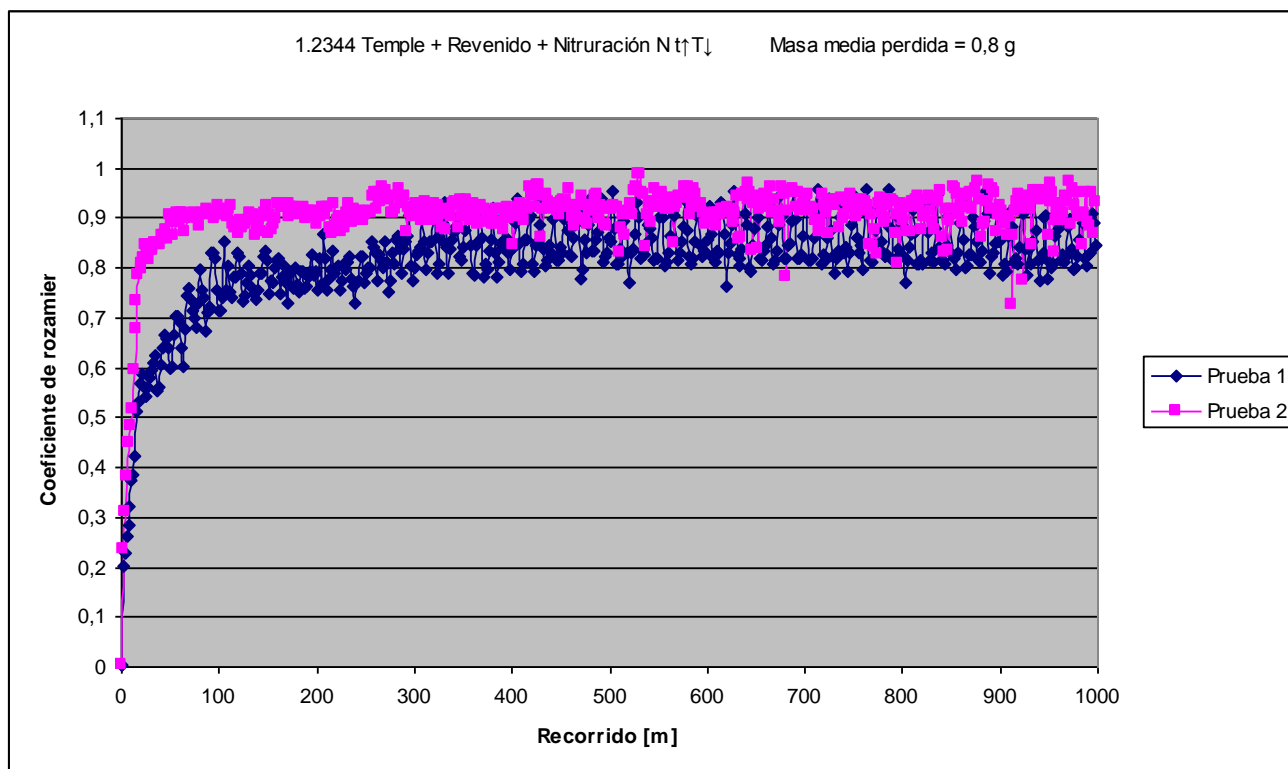


Figura 86: Gráfica Coeficiente de rozamiento vs. Recorrido del acero 1.2344 nitruración tipo N $t \uparrow T \downarrow$

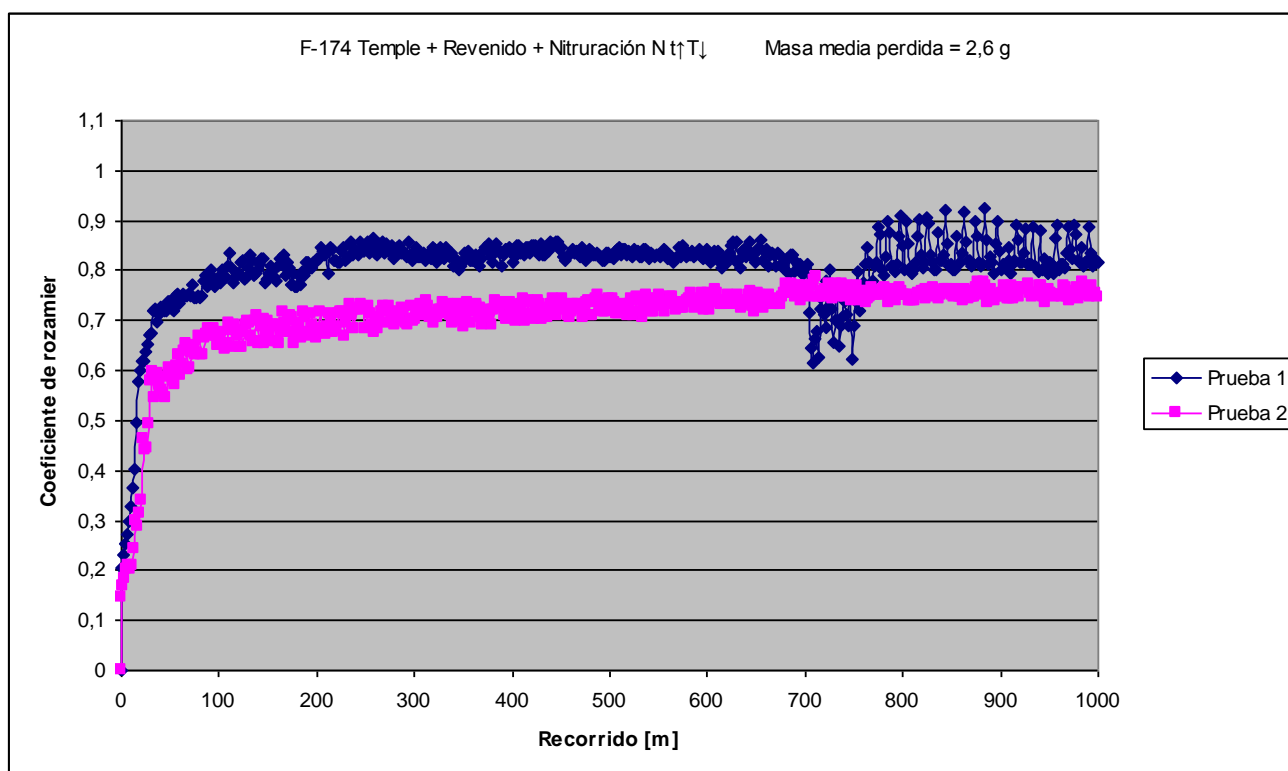


Figura 87: Gráfica Coeficiente de rozamiento vs. Recorrido del acero F-174 nitruración tipo N $t \uparrow T \downarrow$

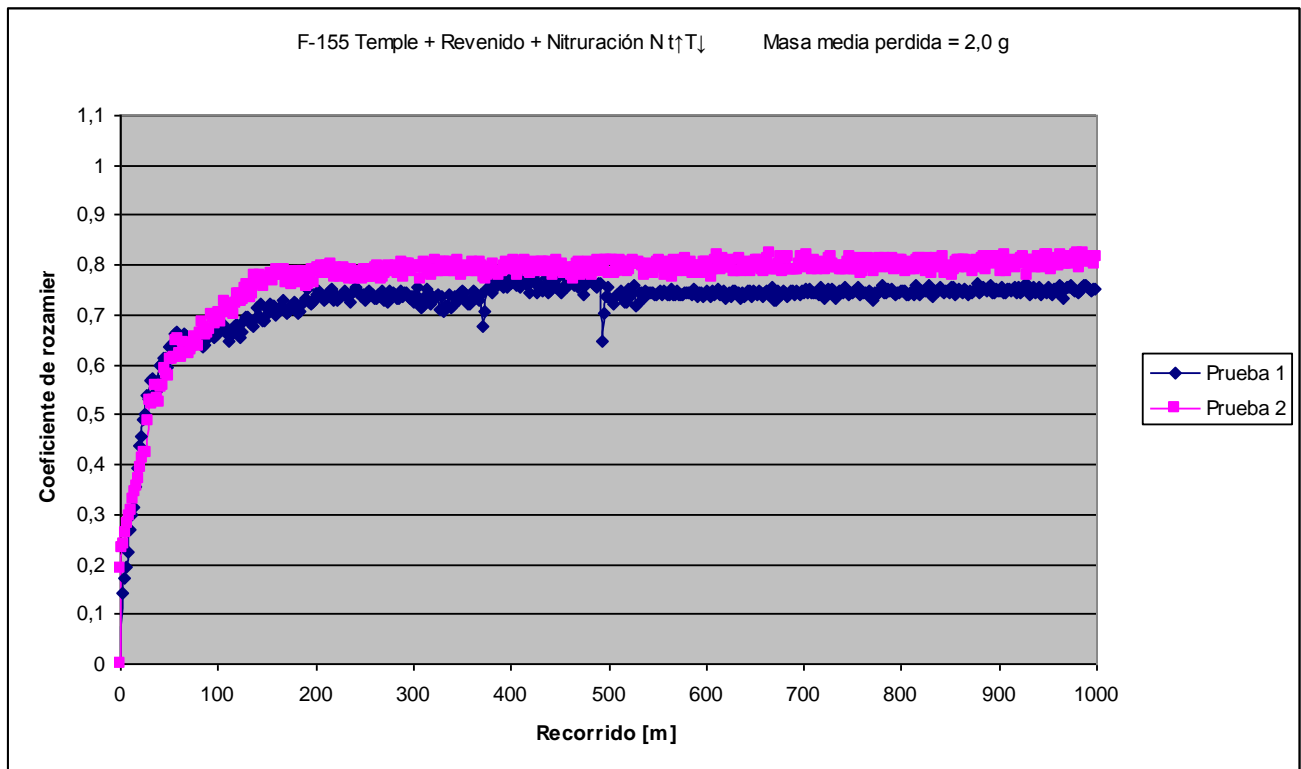


Figura 88: Gráfica Coeficiente de rozamiento vs. Recorrido del acero F-155 nitruración tipo N t↑T↓

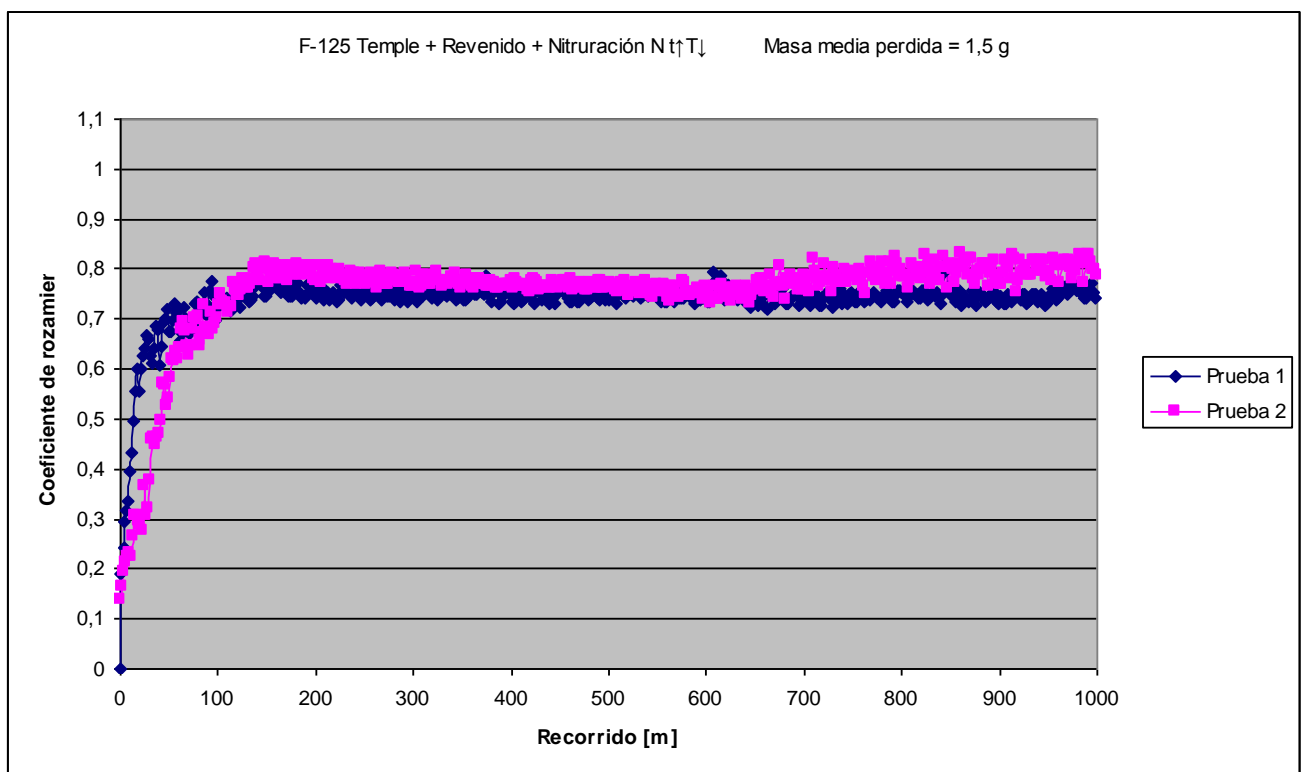


Figura 89: Gráfica Coeficiente de rozamiento vs. Recorrido del acero F-125 nitruración tipo N t↑T↓

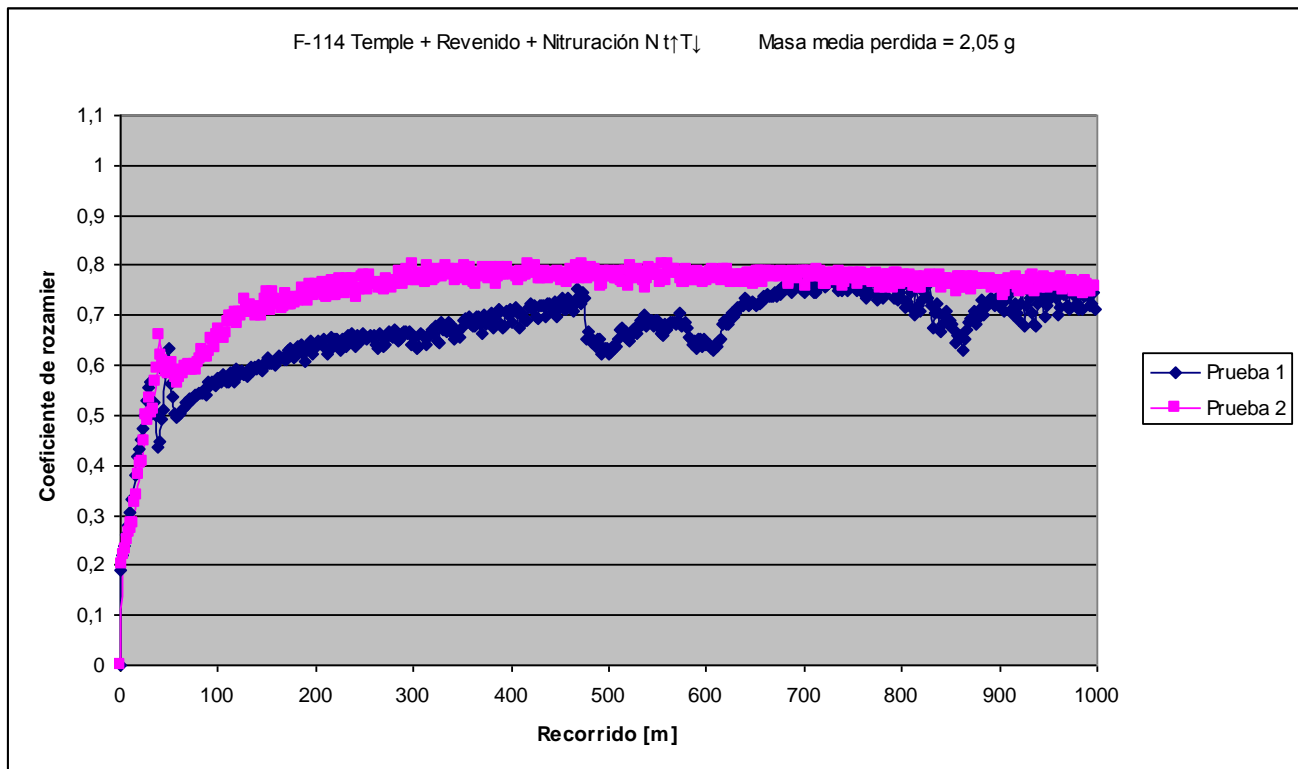


Figura 90: Gráfica Coeficiente de rozamiento vs. Recorrido del acero F-114 nitruración tipo N t†T↓

Sulfinizado SurSulf

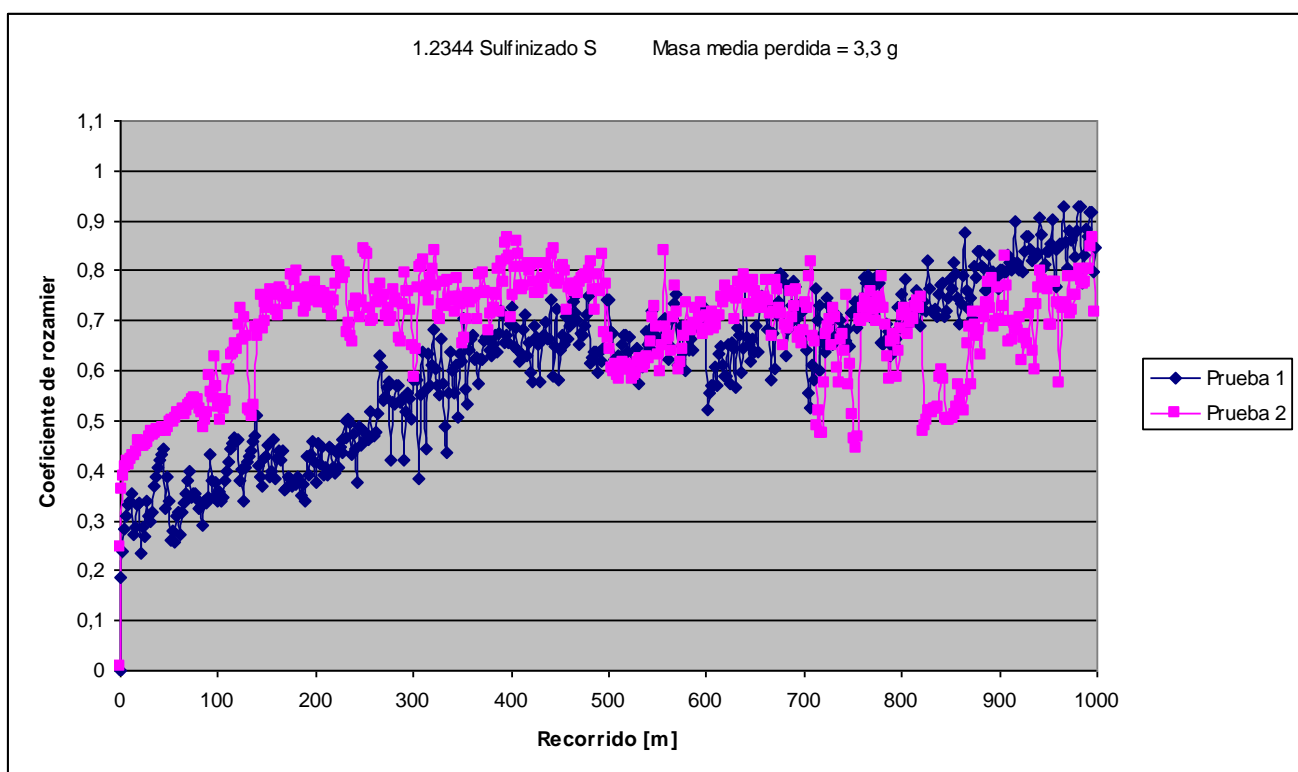


Figura 91: Gráfica Coeficiente de rozamiento vs. Recorrido del acero 1.2344 sulfinizado S

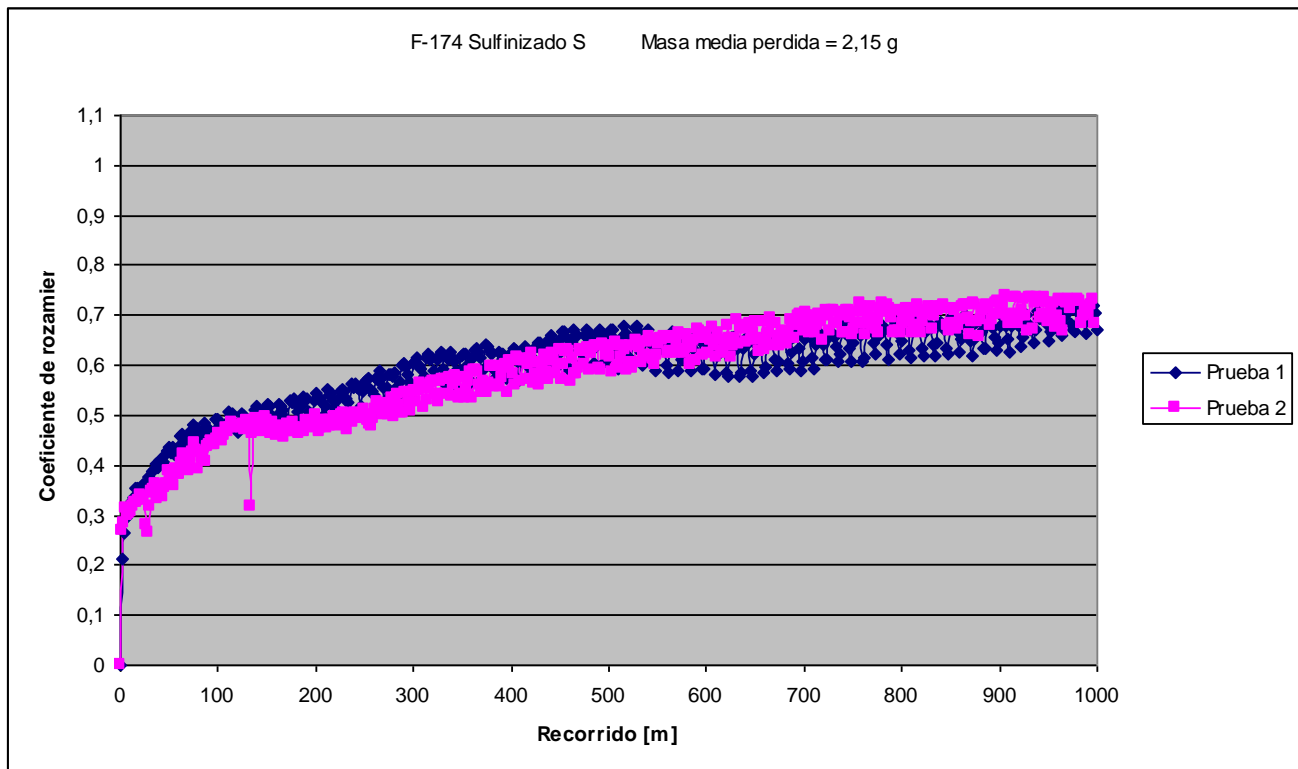


Figura 92: Gráfica Coeficiente de rozamiento vs. Recorrido del acero F-174 sulfinizado S

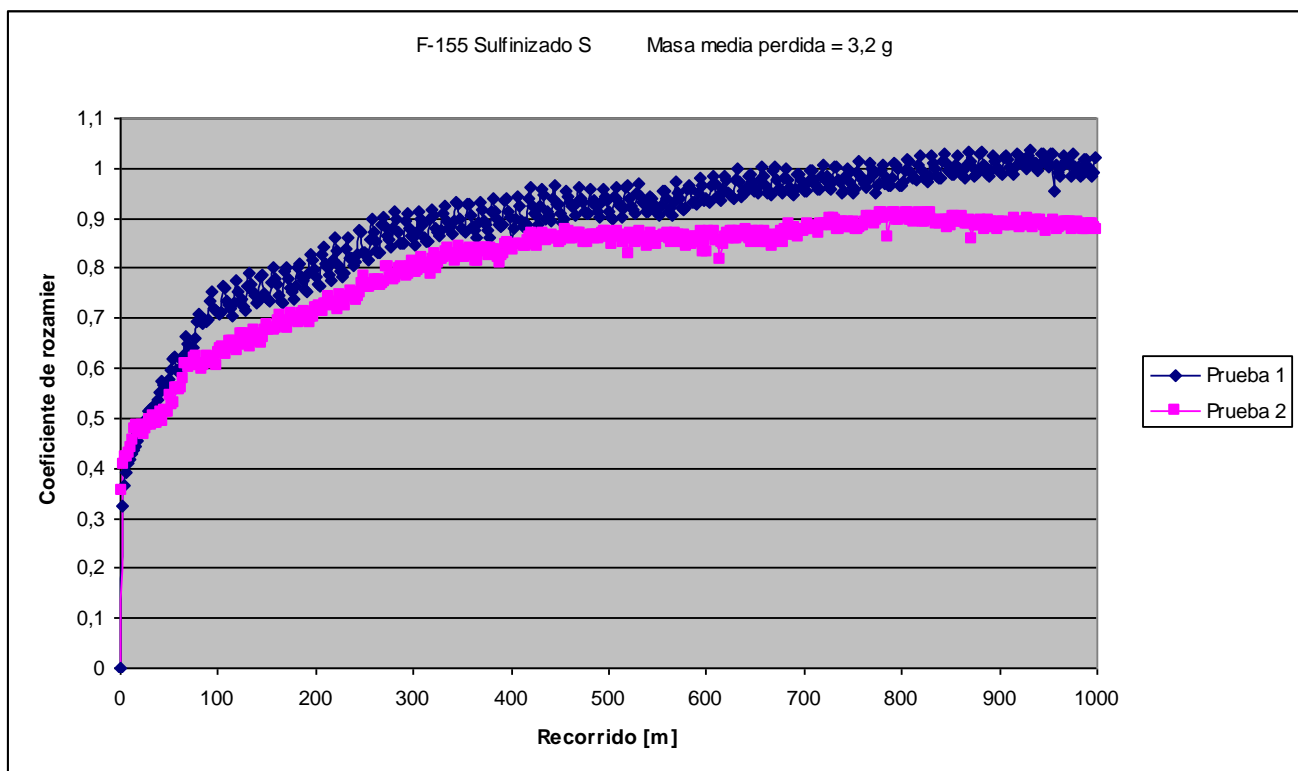


Figura 93: Gráfica Coeficiente de rozamiento vs. Recorrido del acero F-155 sulfinizado S

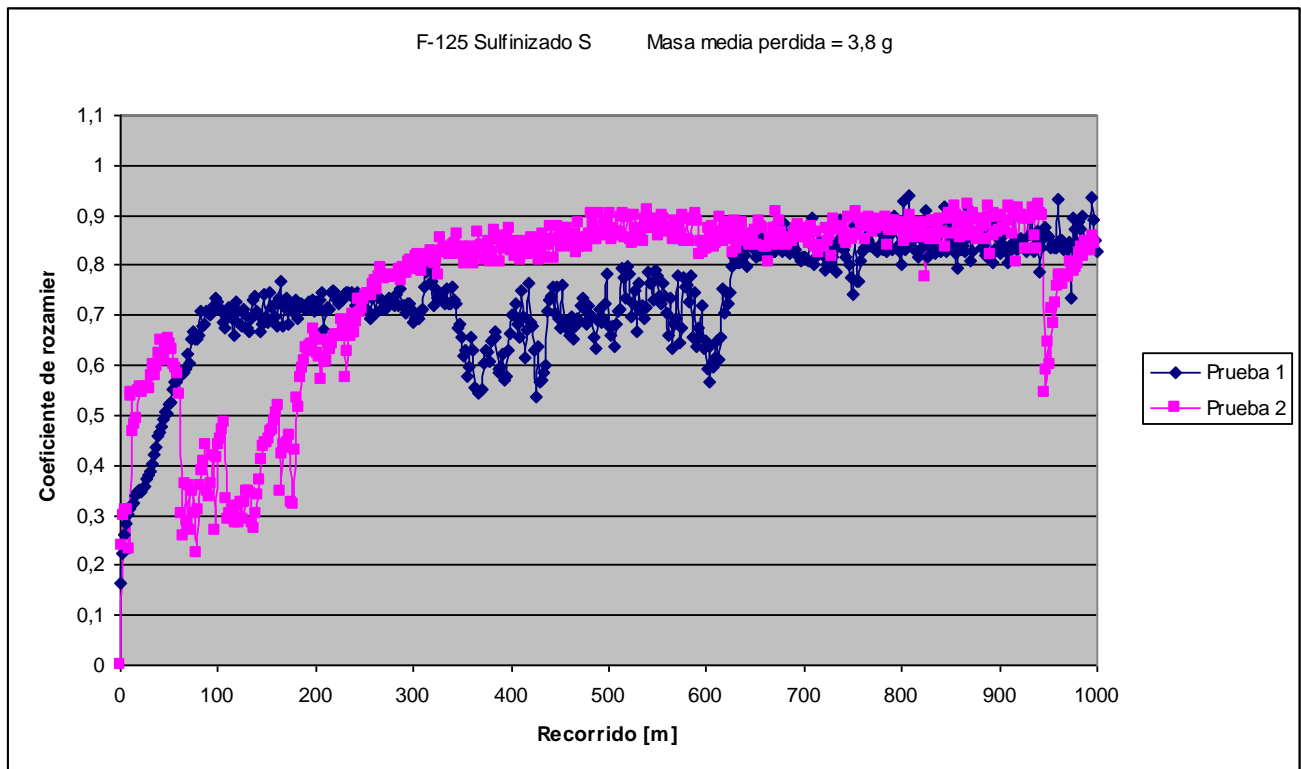


Figura 94: Gráfica Coeficiente de rozamiento vs. Recorrido del acero F-125 sulfinizado S

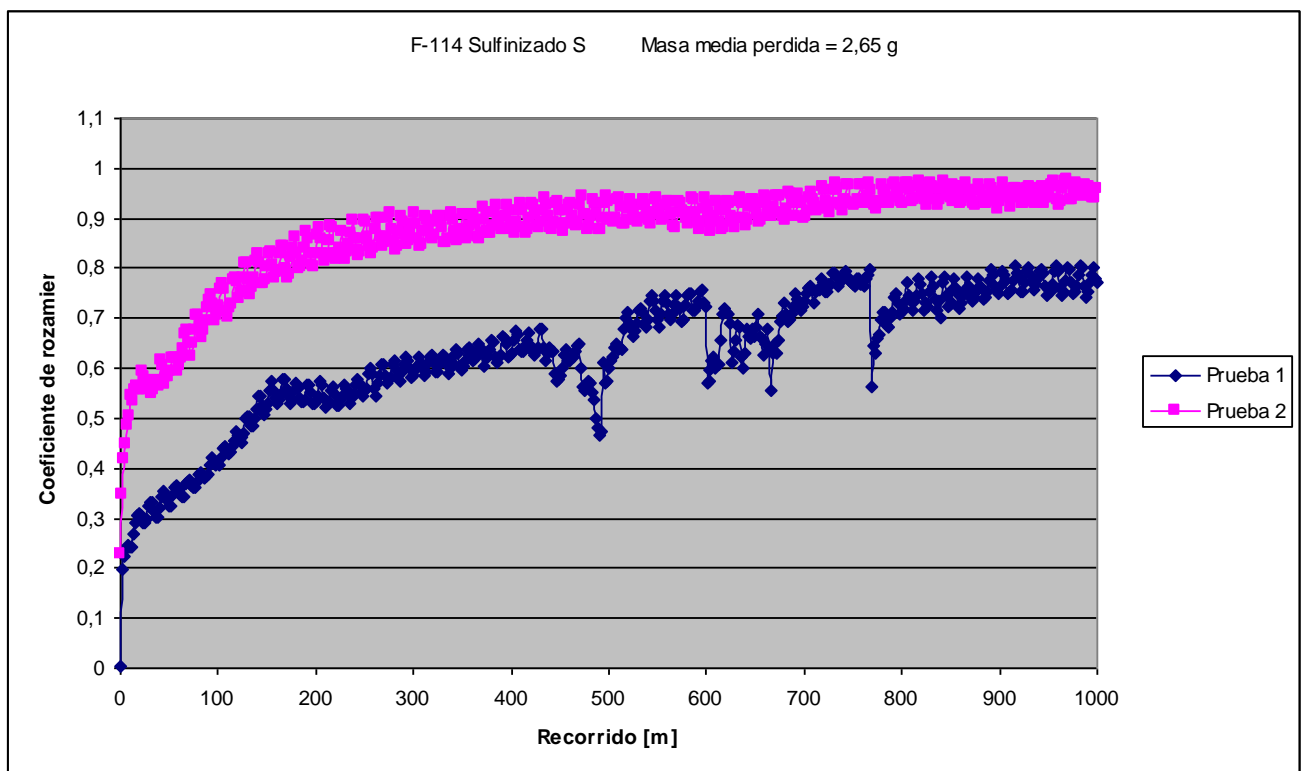


Figura 95: Gráfica Coeficiente de rozamiento vs. Recorrido del acero F-114 sulfinizado S

Nitrocarburation NC 1

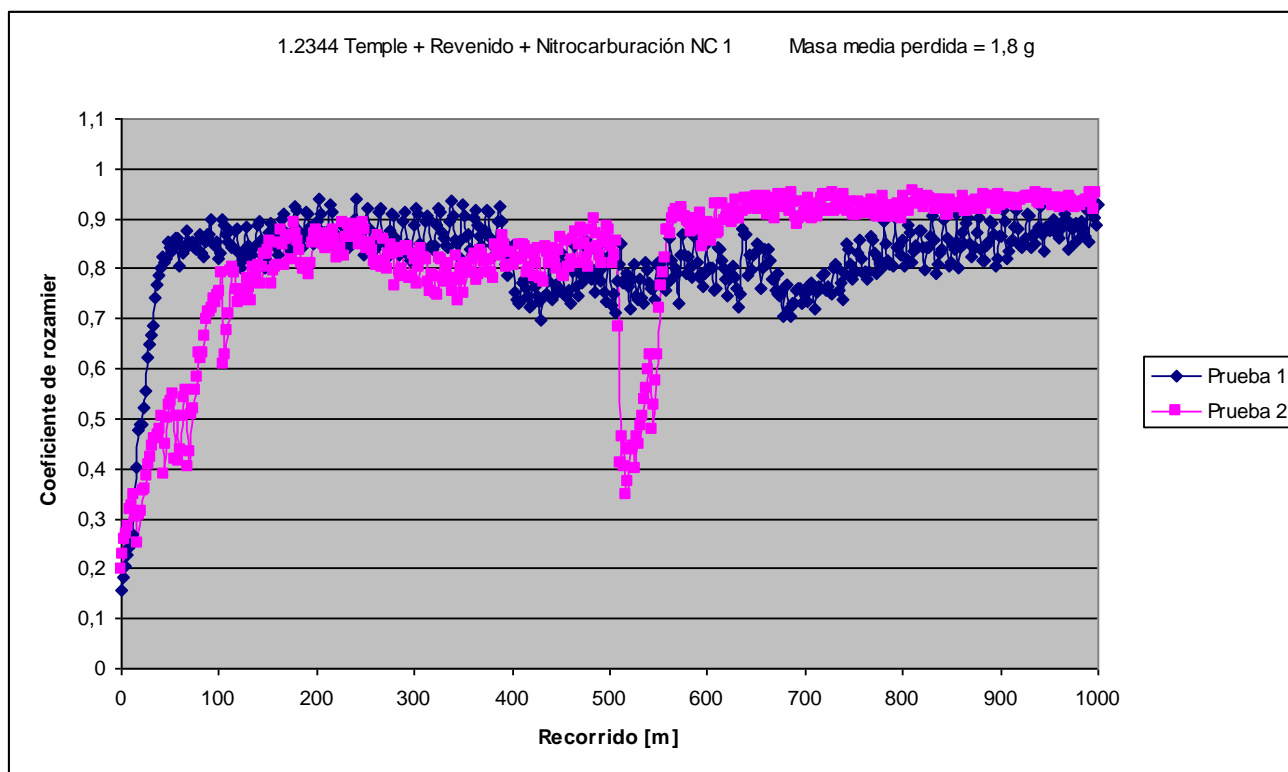


Figura 96: Gráfica Coeficiente de rozamiento vs. Recorrido del acero 1.2344 nitrocarburation tipo NC 1

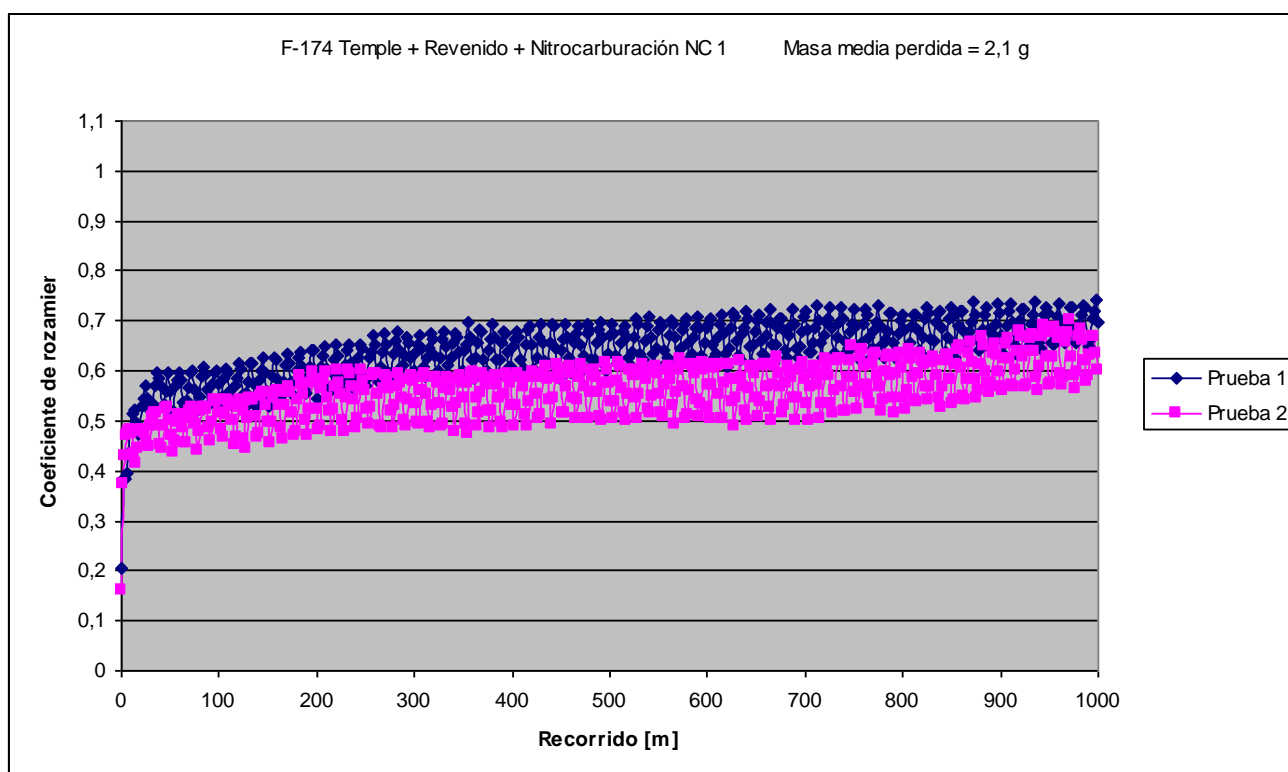


Figura 97: Gráfica Coeficiente de rozamiento vs. Recorrido del acero F-174 nitrocarburation tipo NC 1

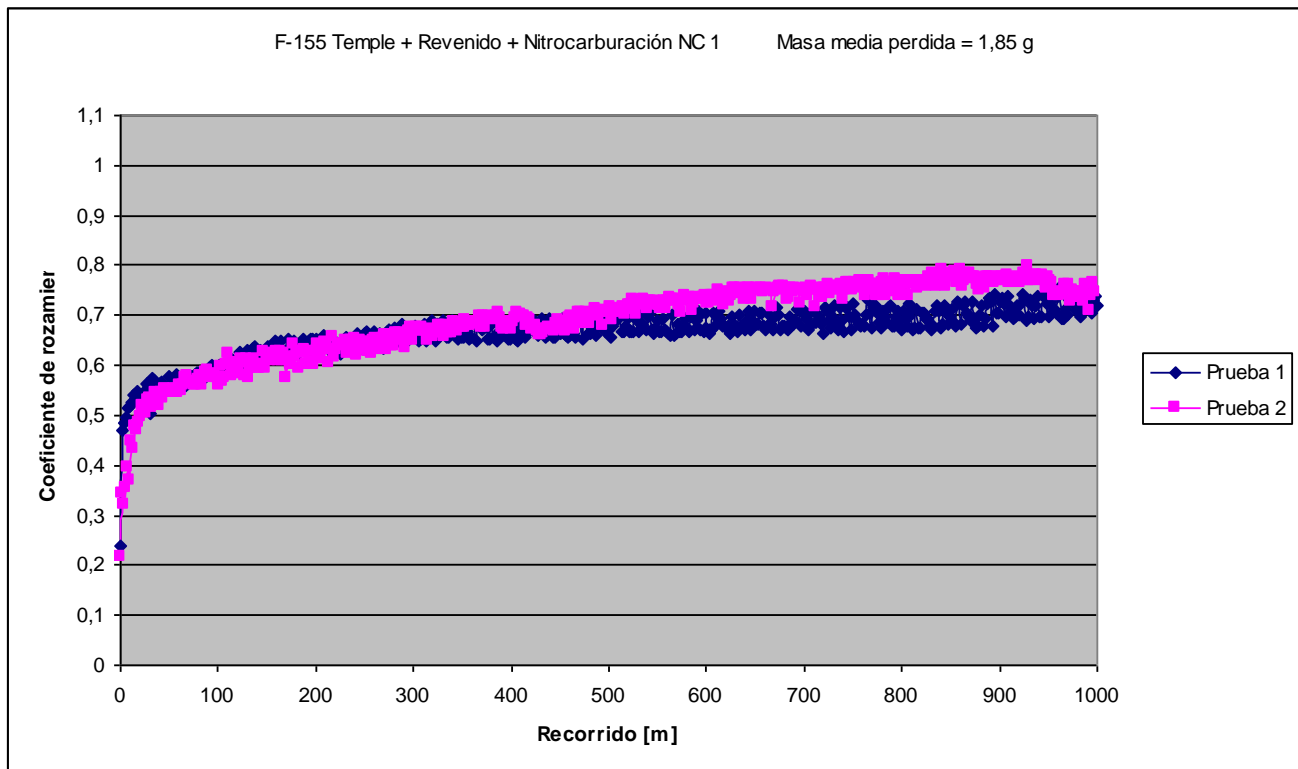


Figura 98: Gr  fica Coeficiente de rozamiento vs. Recorrido del acero F-155 nitrocarbura  n tipo NC 1

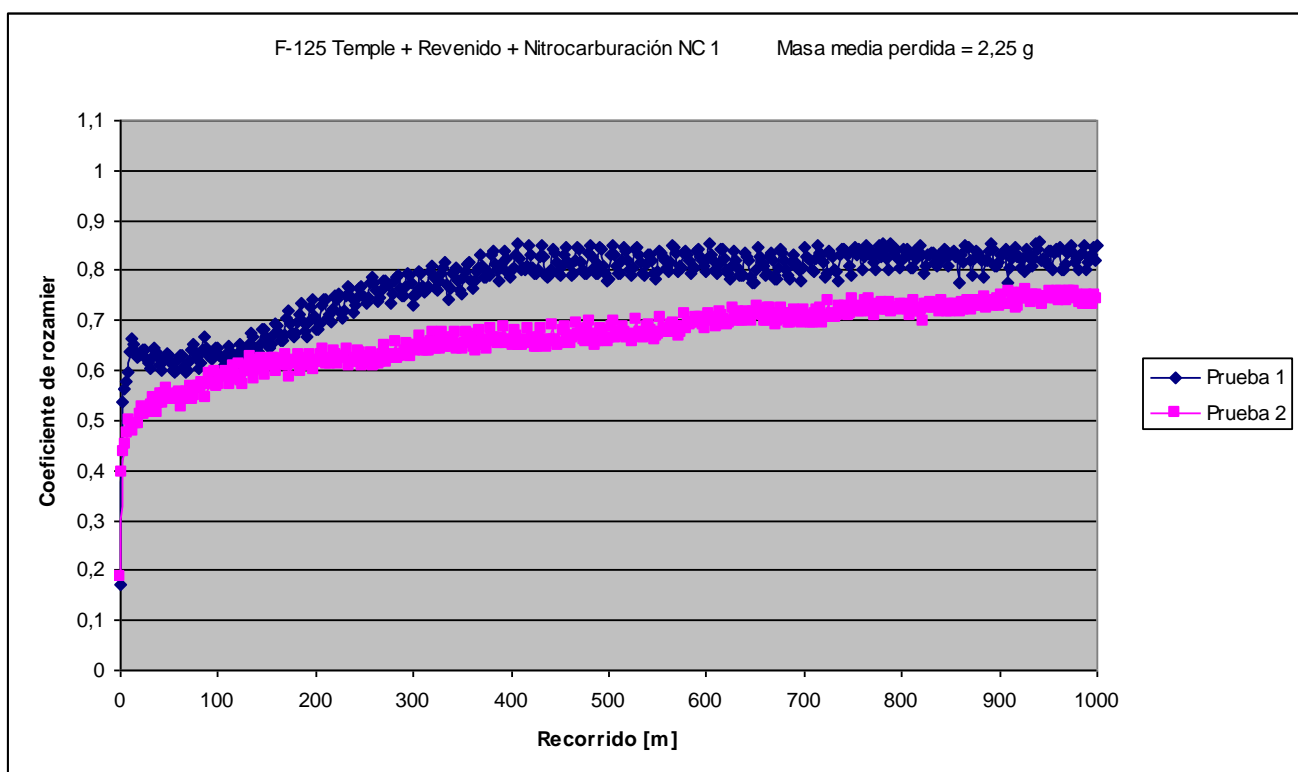


Figura 99: Gr  fica Coeficiente de rozamiento vs. Recorrido del acero F-125 nitrocarbura  n tipo NC 1

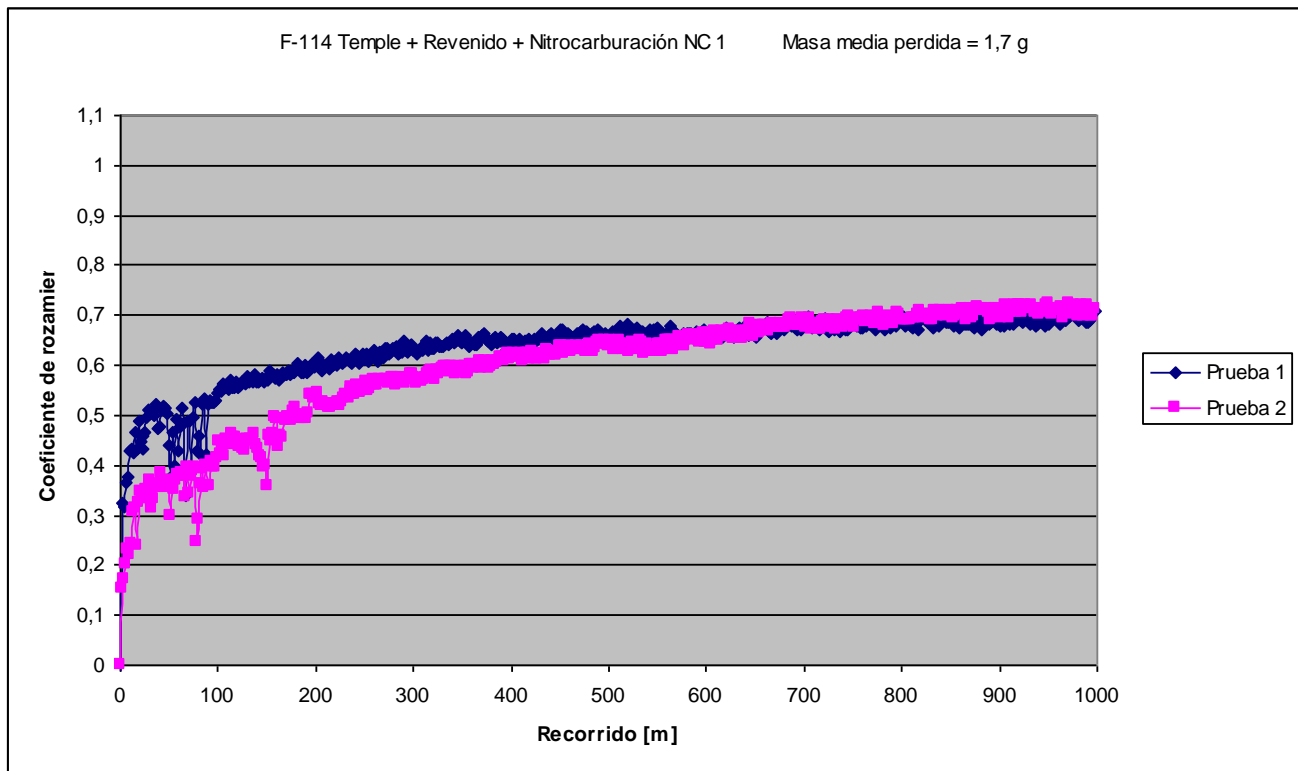


Figura 100: Gráfica Coeficiente de rozamiento vs. Recorrido del acero f-114 nitrocarburación tipo NC 1

Nitrocarburación NC 2

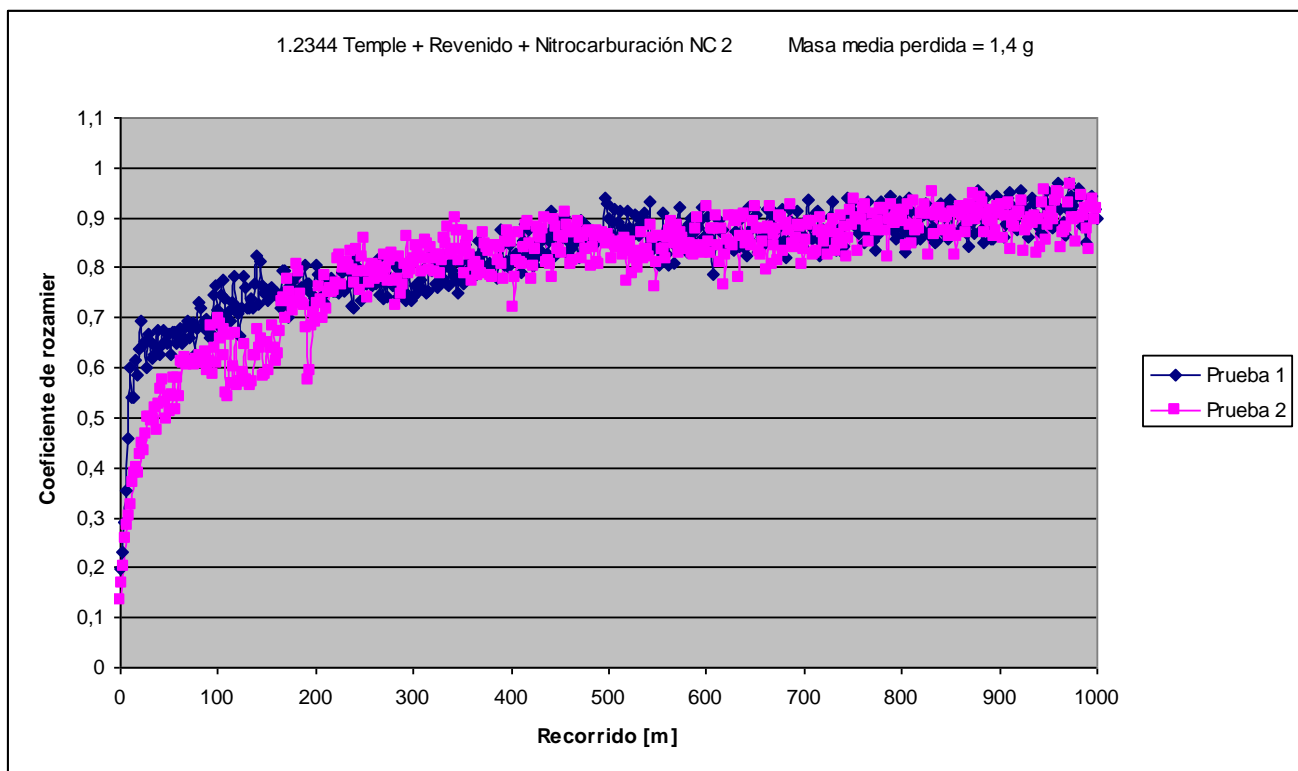


Figura 101: Gráfica Coeficiente de rozamiento vs. Recorrido del acero 1.2344 nitrocarburación tipo NC 2

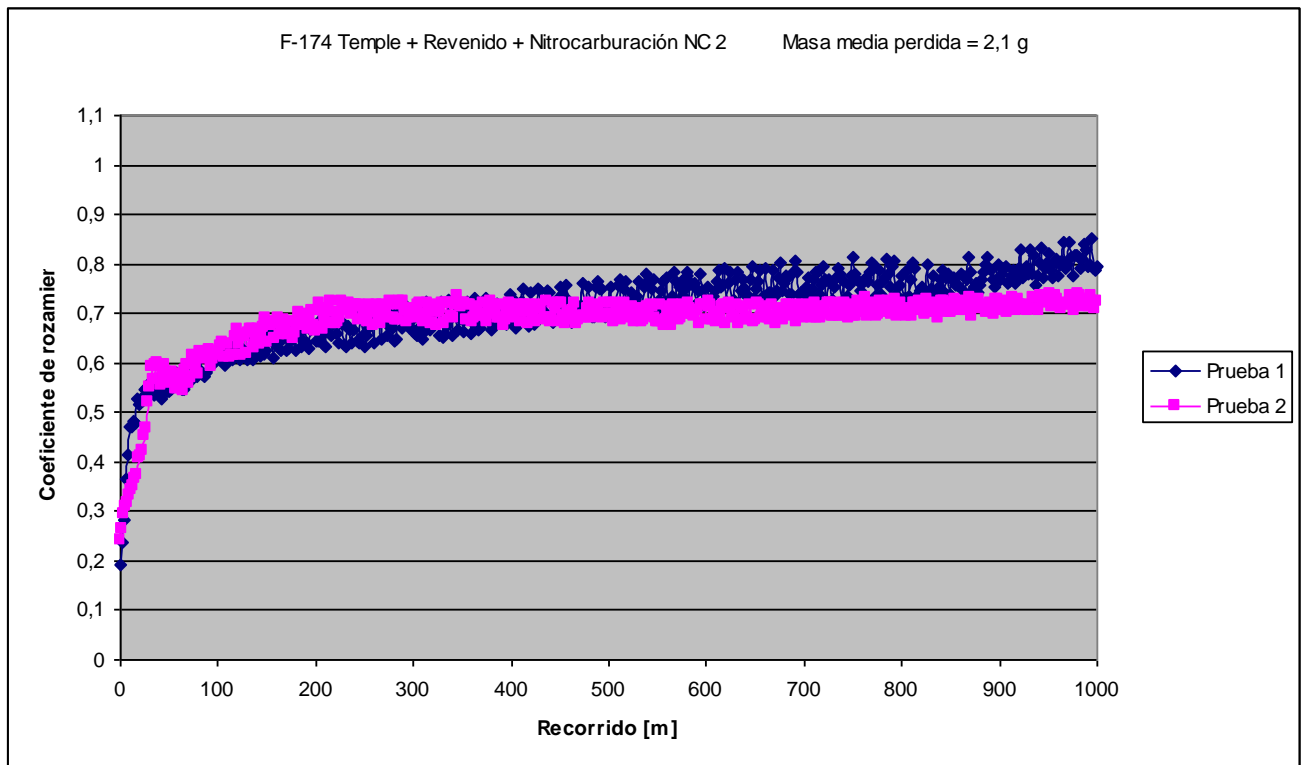


Figura 102: Gr3fica Coeficiente de rozamiento vs. Recorrido del acero F-174 nitrocarbura3i3n tipo NC 2

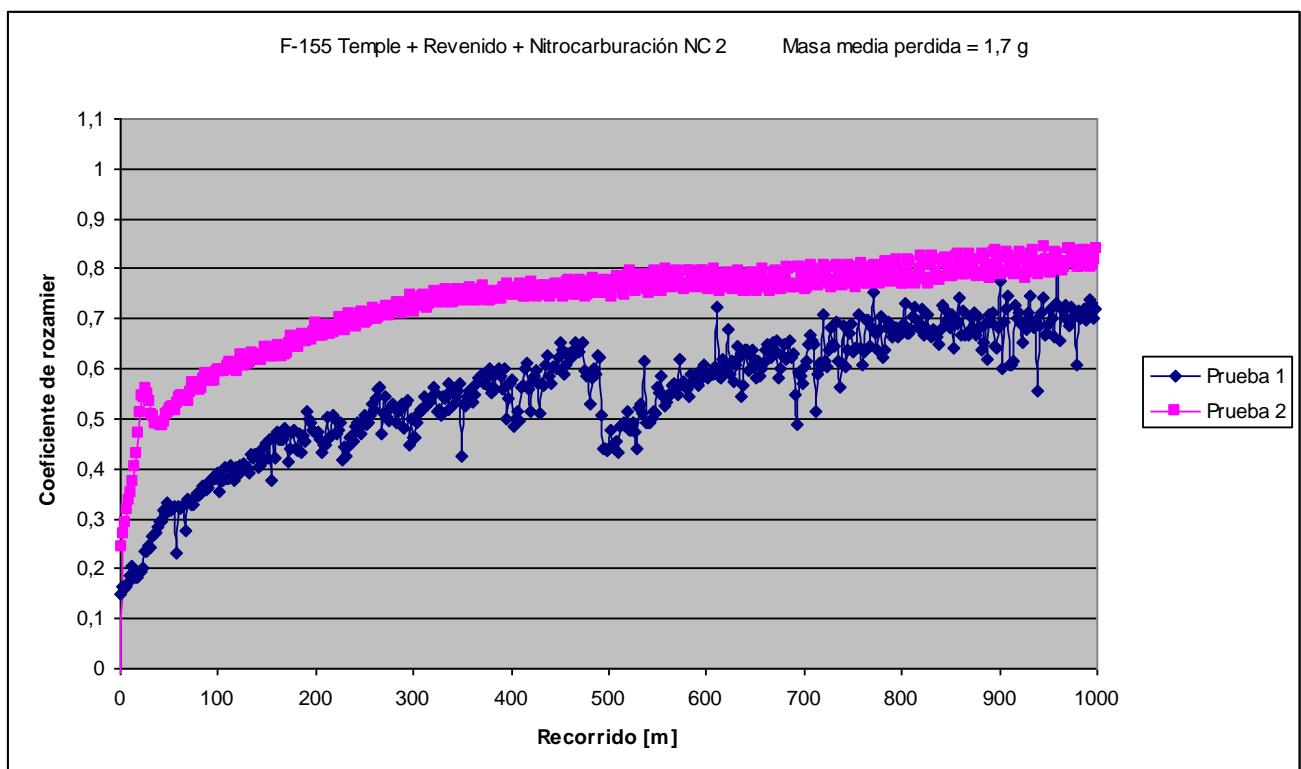


Figura 103: Gr3fica Coeficiente de rozamiento vs. Recorrido del acero F-155 nitrocarbura3i3n tipo NC 2

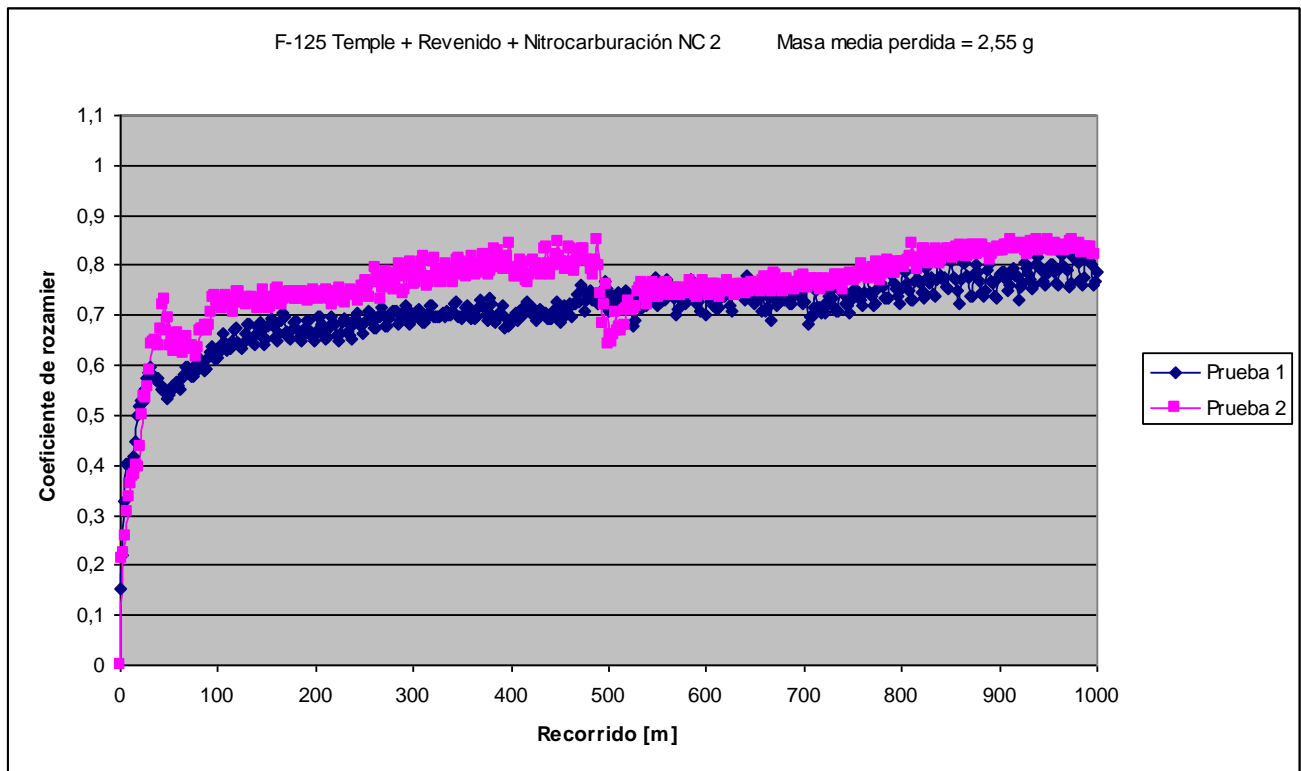


Figura 104: Gr fica Coeficiente de rozamiento vs. Recorrido del acero F-125 nitrocarburaç n tipo NC 2

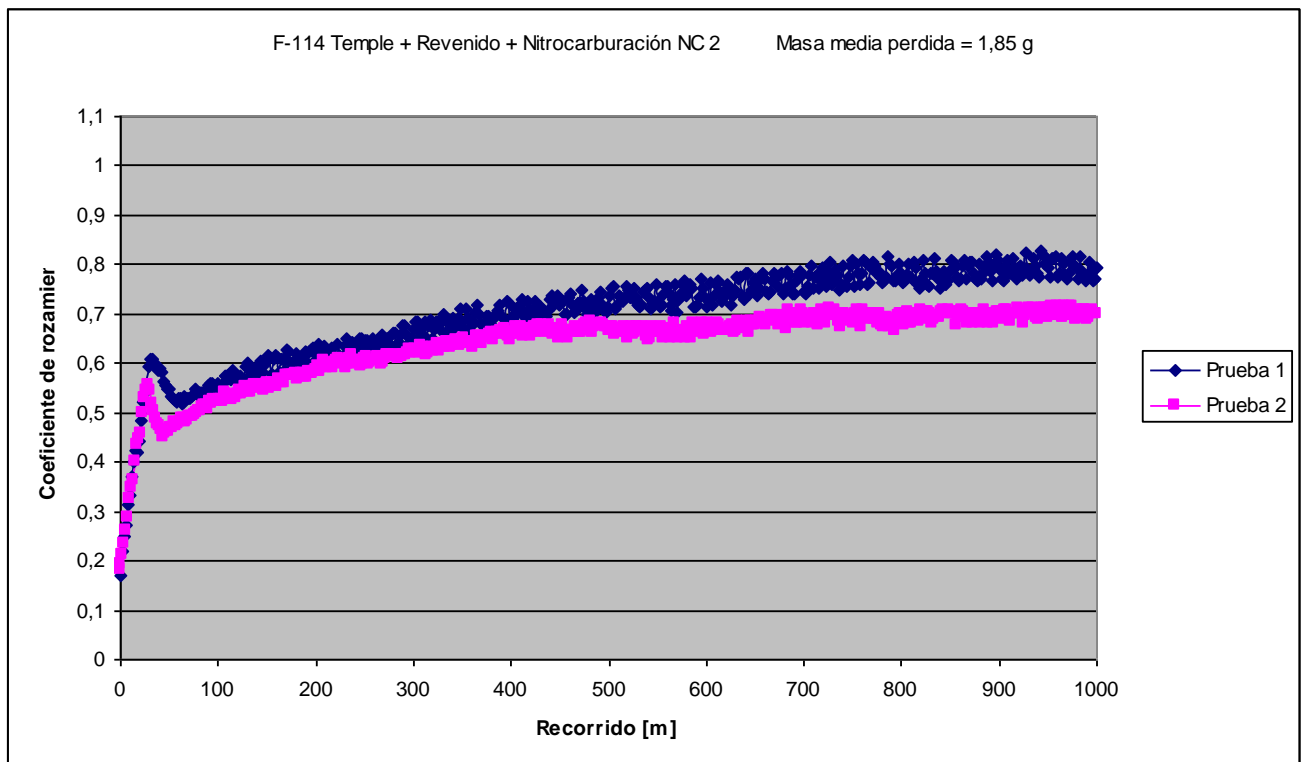


Figura 105: Gr fica Coeficiente de rozamiento vs. Recorrido del acero F-114 nitrocarburaç n tipo NC 2

Cementación

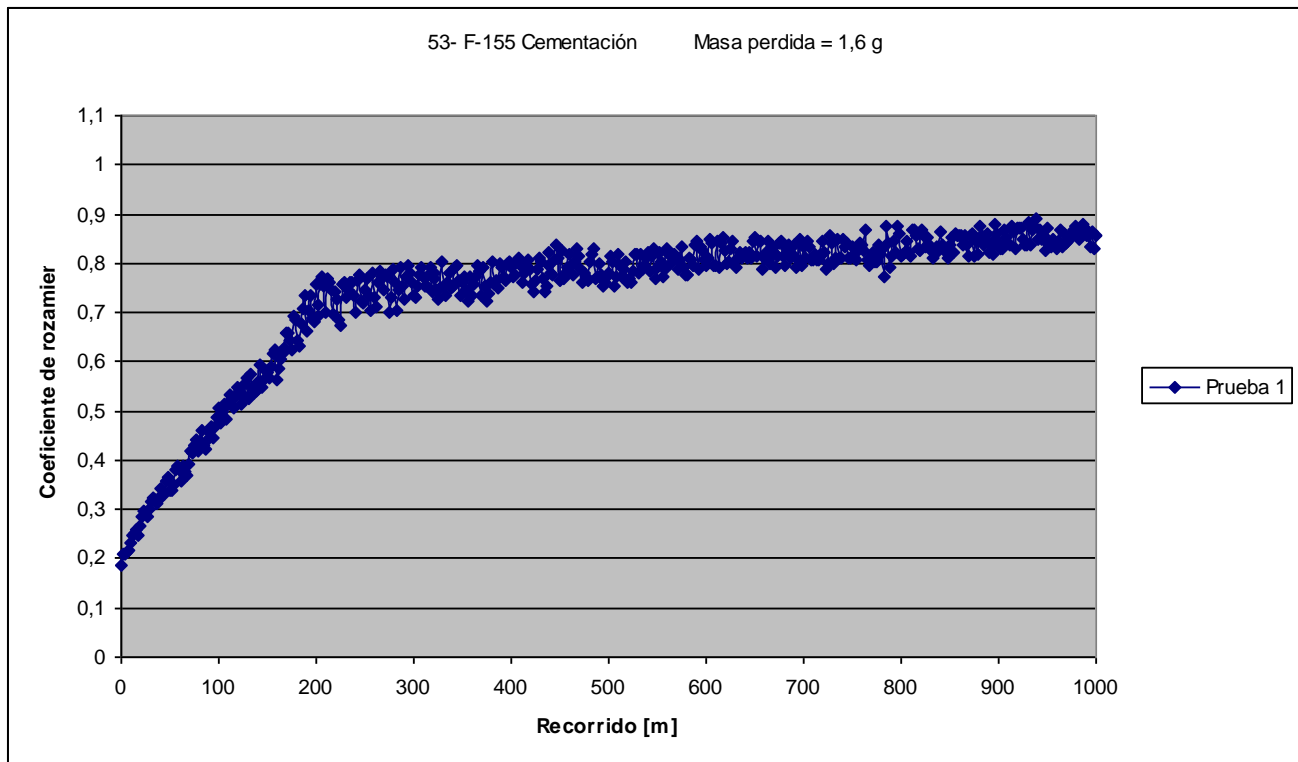


Figura 106: Gráfica Coeficiente de rozamiento vs. Recorrido del acero F-155 cementado

Se ha sometido a este acero a una cementación ya que es especial para este tratamiento.

Temple en aceite

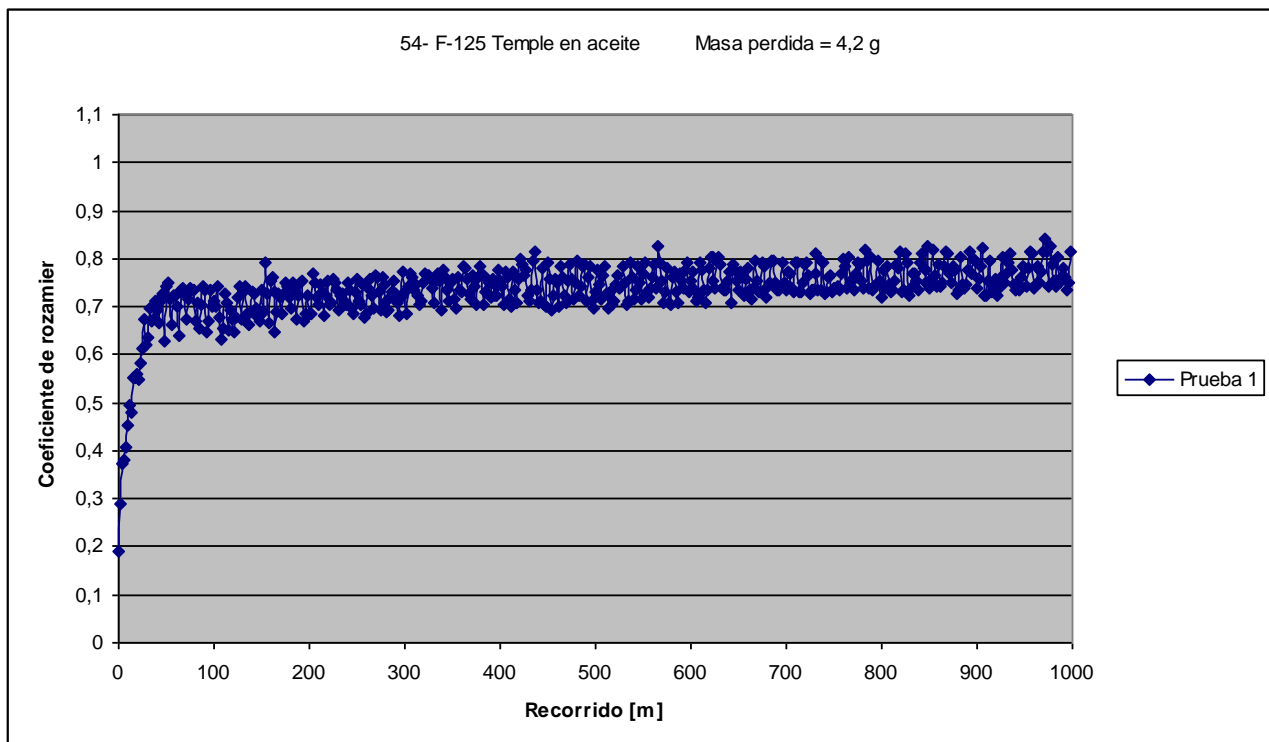


Figura 107: Gráfica Coeficiente de rozamiento vs. Recorrido del acero F-125 templado en aceite

Por lo general, los clientes encargan un temple en aceite para las piezas de acero F-125, por ofrecer este tratamiento características adecuadas para la aplicación a la que va a ser destinada la pieza. Es por esto por lo que el acero ha sido sometido a este tratamiento.

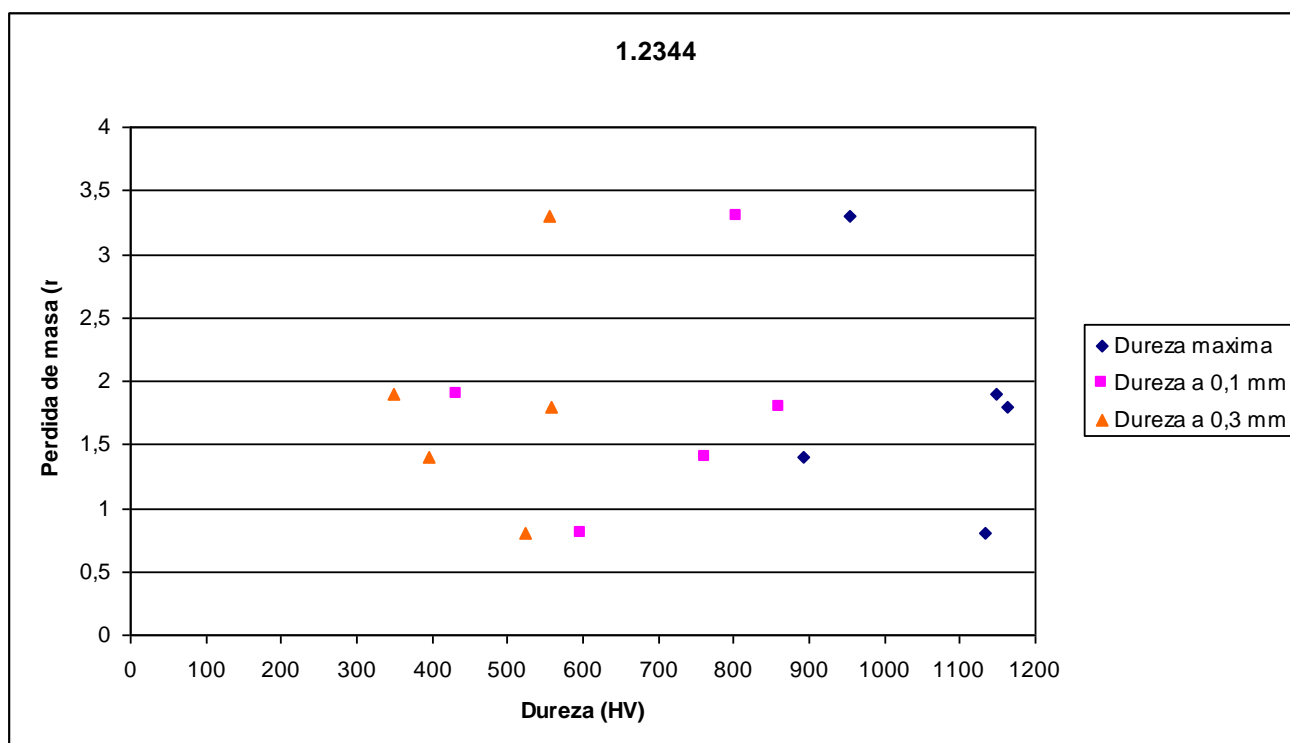
Dureza vs. Pérdida de Masa (tipo de acero)

A continuación se pasan a analizar los resultados obtenidos del ensayo de fricción *Pin-on-Disc* relacionándolos con las medidas de microdureza realizadas en el laboratorio. Para simplificar los resultados se han escogido los datos más relevantes para cada acero y para cada tratamiento; i.e., dureza máxima (dureza superficial), dureza a 0,1 mm de profundidad, dureza a 0,3 mm de profundidad y masa media perdida en el ensayo de fricción. Con estos datos se ha construido la siguiente tabla:

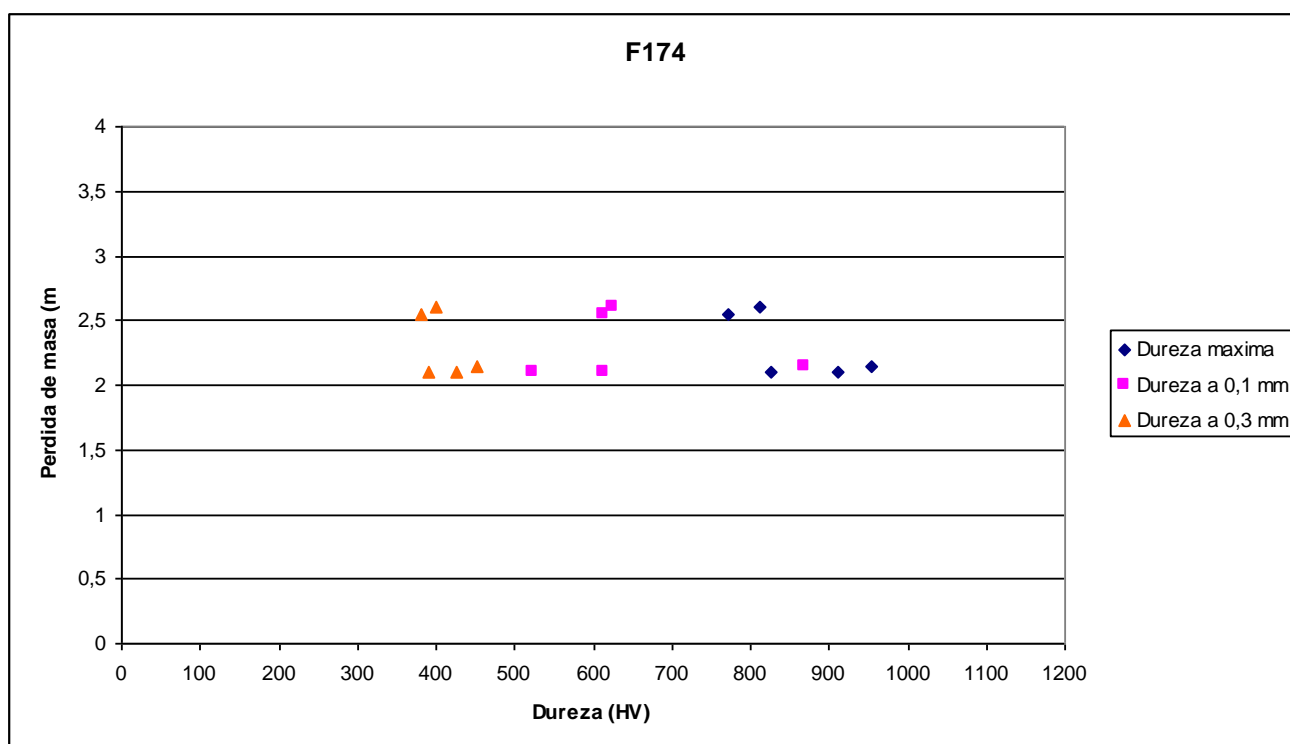
	Dureza máxima [HV]	Dureza a 0,1 mm [HV]	Dureza a 0,3 mm [HV]	Masa perdida (mg)	Tipo de tratamiento
1,2344	1133	598	524	0,8	N t↑T↓
	892	762	397	1,4	NC 2
	954	805	556	3,3	Sulfinizado
	1163	860	559	1,8	NC 1
	1148	432	348	1,9	NC Sin
F174	811	625	401	2,6	N t↑T↓
	825	522	425	2,1	NC 2
	954	868	451	2,15	Sulfinizado
	912	614	390	2,1	NC 1
	772	614	380	2,55	NC Sin
F125	672	479	376	1,5	N t↑T↓
	487	429	347	2,55	NC 2
	715	594	424	3,8	Sulfinizado
	678	638	369	2,25	NC 1
	672	577	450	2,9	NC Sin
F155	787	635	424	2	N t↑T↓
	551	432	389	1,7	NC 2
	618	517	411	3,2	Sulfinizado
	572	472	376	1,85	NC 1
	772	636	389	2,3	NC Sin
F114	506	474	398	2,05	N t↑T↓
	452	436	382	1,85	NC 2
	666	505	402	2,65	Sulfinizado
	530	408	330	1,7	NC 1
	638	517	501	3,5	NC Sin

Tabla 3: Relación Dureza vs. Pérdida de masa en función del acero

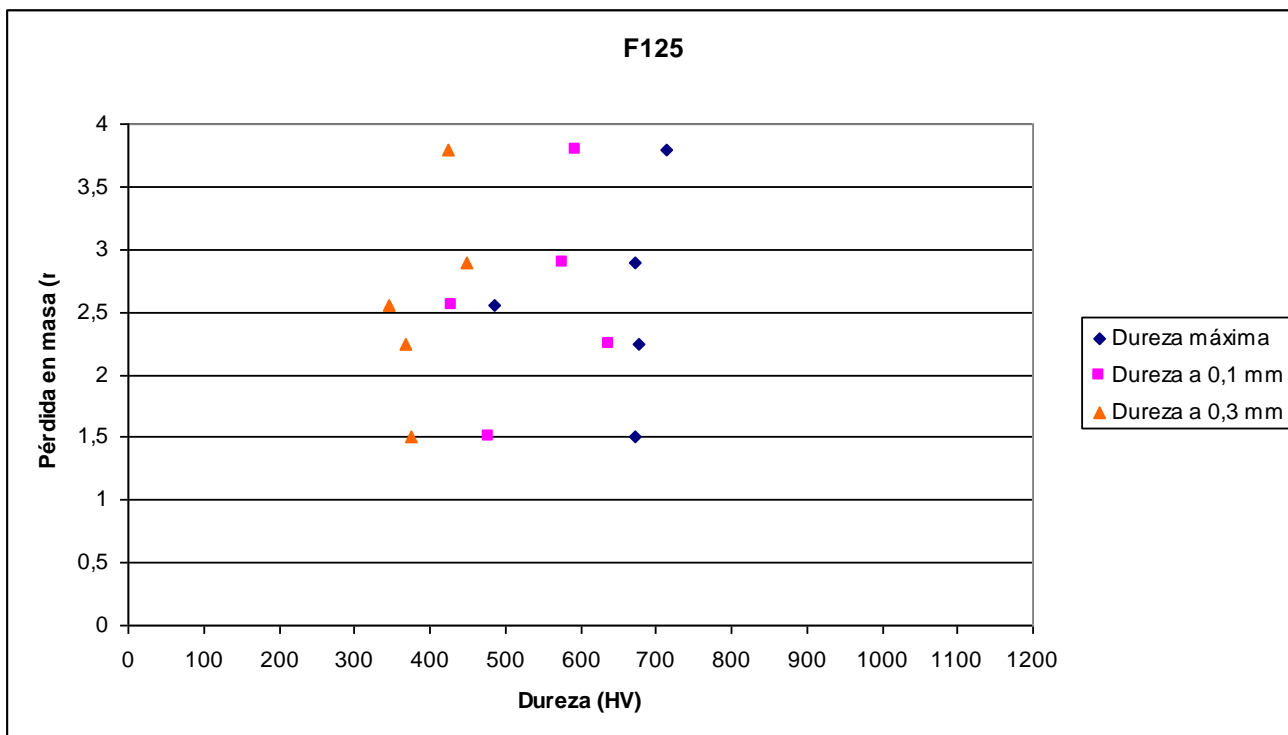
Para un mejor manejo de los datos se ha dibujado una gráfica para cada acero y una para cada tratamiento. De esta forma será más sencillo comprender los resultados obtenidos en los ensayos.



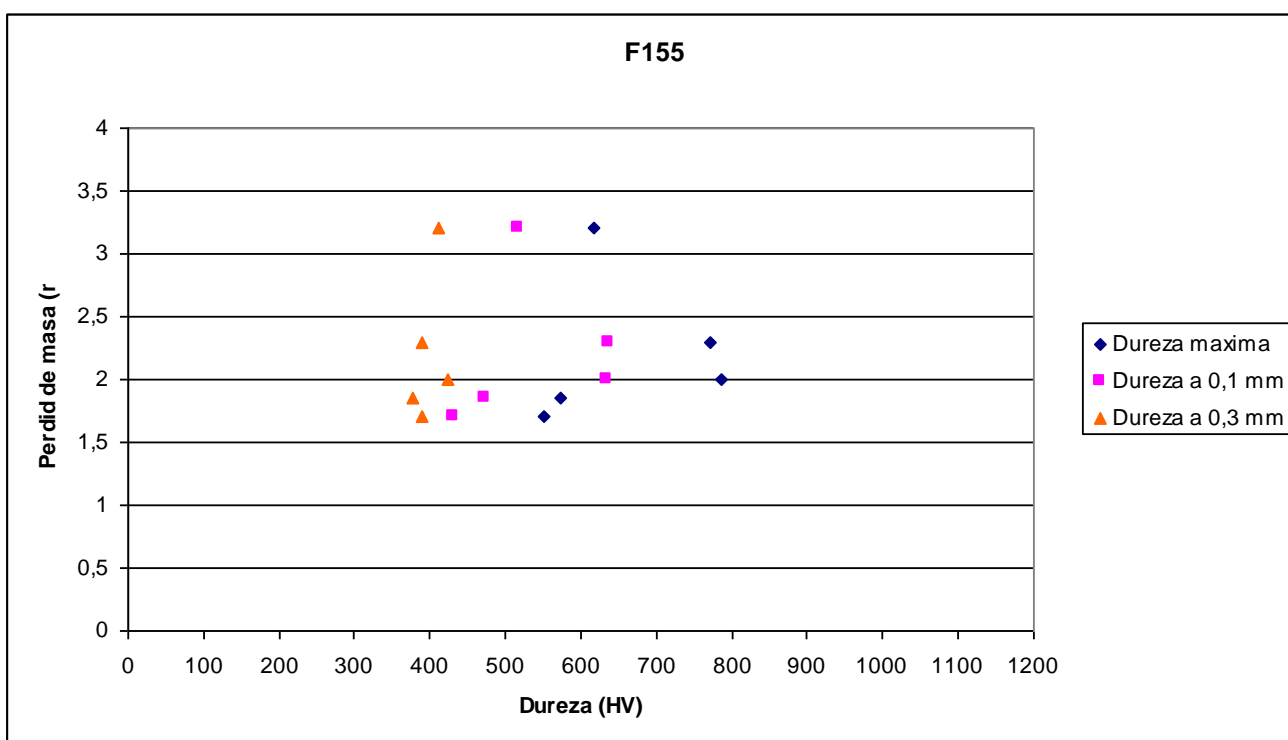
Gráfica 108: Pérdida de masa vs. Dureza, para el acero 1.2344



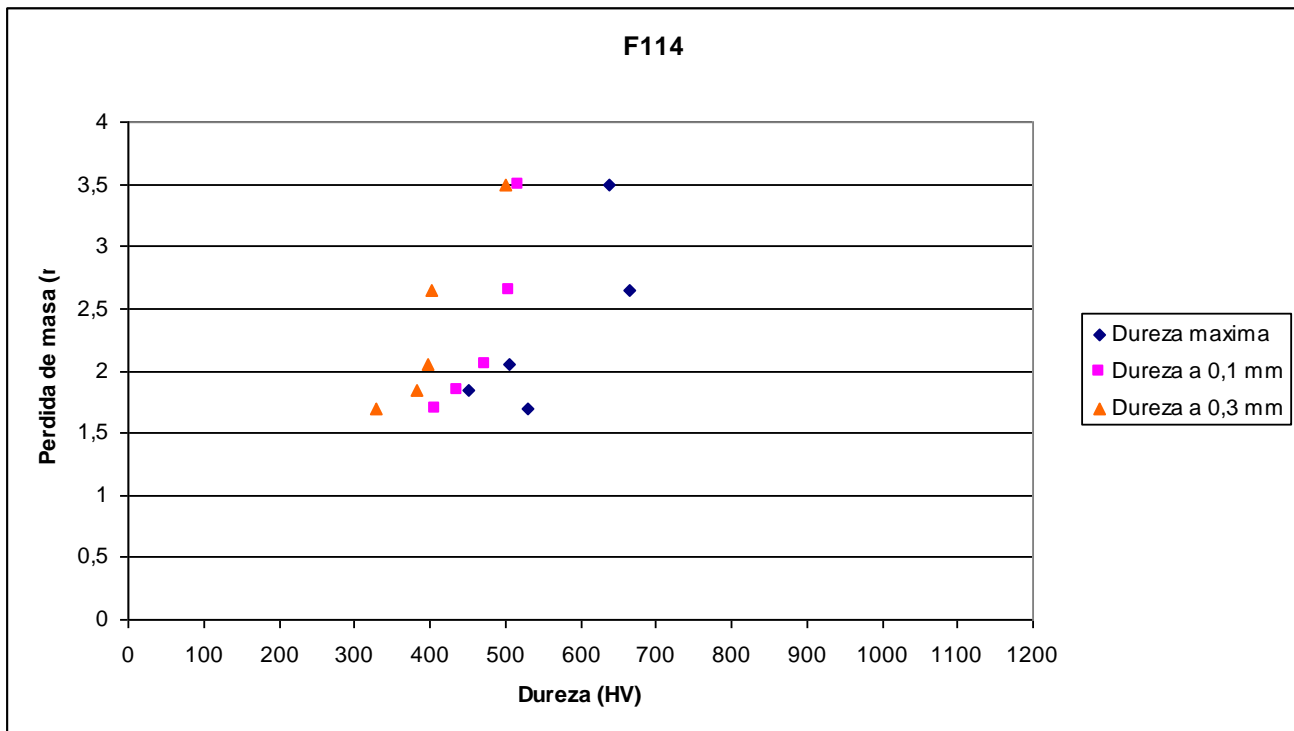
Gráfica 109: Pérdida de masa vs. Dureza, para el acero F-174



Gráfica 110: Pérdida de masa vs. Dureza, para el acero F-125



Gráfica 111: Pérdida de masa vs. Dureza, para el acero F-155



Gráfica 112: Pérdida de masa vs. Dureza, para el acero F-114

En función de los aceros se puede decir lo siguiente:

El acero 1.2344 es el que obtiene durezas máximas más elevadas en todos los tratamientos. También es el que mantiene la dureza más elevada a 0,3 mm en tres de los cinco tratamientos (**N t↑T↓**, **S** y **NC 1**). Por el contrario, es el acero que más dispersión obtiene en los resultados de pérdida de masa (de 0,8 mg **N t↑T↓** a 3,3 mg **S**). Este acero, tratado según **N t↑T↓** es el que mejor resultados obtiene en los ensayos de fricción, siendo el que menos masa pierde (0,8 mg).

El acero F-174 es el que obtiene menor dispersión en los resultados de pérdida de masa, agrupándose la nube de puntos en torno a 2,3 mg, casi independientemente del tratamiento recibido. Este es el segundo mejor acero que mantiene elevada la dureza a 0,3 mm; lo hace en los dos tratamientos restantes, **NC 2** y **NC Sin**. Además, es el segundo acero que obtiene durezas máximas más elevadas, después del acero 1.2344.

El acero F-125 obtiene unos resultados de dureza máxima muy similares, en torno a 684 HV, independientemente del tratamiento, a excepción de la pieza tratada según **NC 2**, que ha conseguido una dureza máxima mucho menor. Este acero es el que mayor dispersión tiene en los resultados de pérdida de masa, después del acero 1.2344. Este acero, tratado según Sulfino **S**, es el que peores resultados obtiene en los ensayos de fricción, siendo el que más masa pierde (3,8 mg).

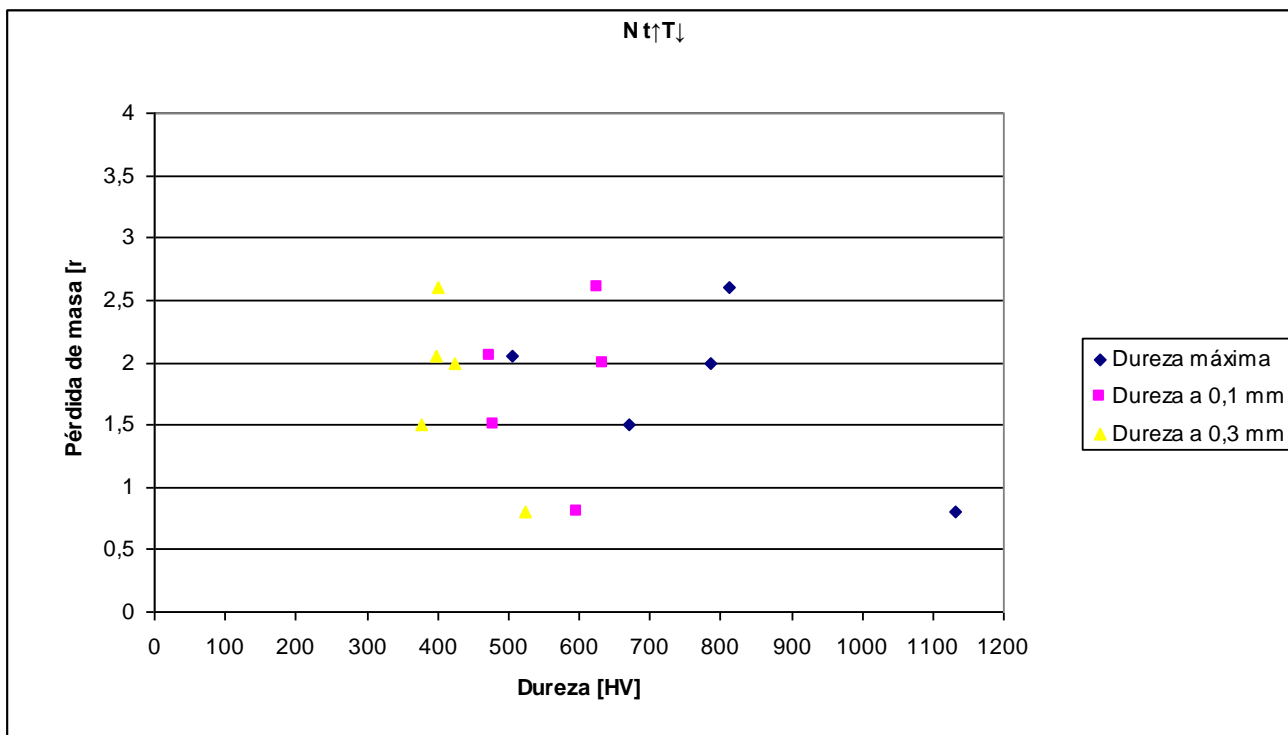
El acero F-155 es el que más agrupada tiene la nube de puntos en lo que se refiere a masa perdida en el ensayo de fricción (a excepción de la pieza tratada según Sulfino **S**), después del acero F-174.

El acero F-114 es el que peores resultados ha obtenido en el ensayo de microdureza Vickers. Consigue la dureza máxima más baja en cuatro de los cinco tratamientos (el acero F-155 obtiene una dureza máxima menor que el acero F-114 en el tratamiento Sulfinizado S). Además de esto, es el acero en el que hay menos diferencia entre la dureza máxima y la dureza a 0,3 mm, a excepción del acero F-155 tratado según Sulfinizado S, con una diferencia entre durezas de 207 HV, frente a los 264 HV del acero F-114 tratado según el mismo tratamiento.

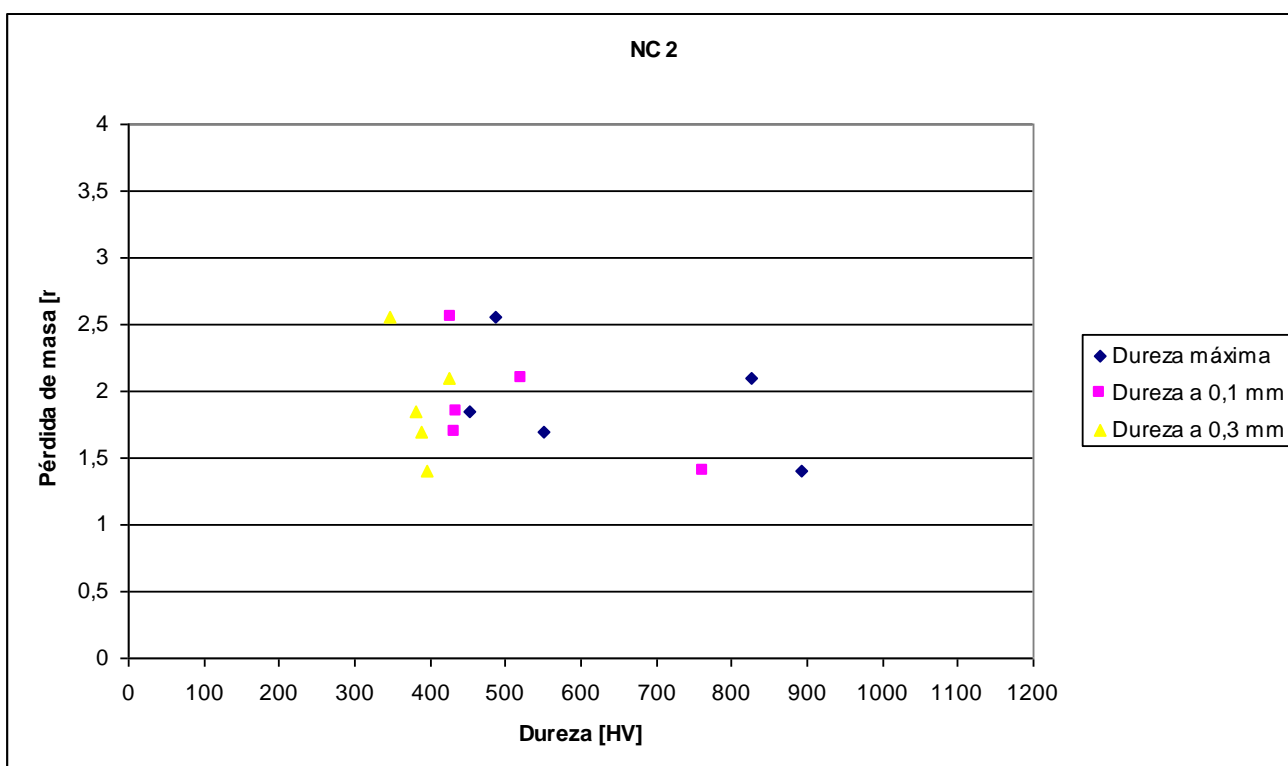
Dureza vs. Pérdida de masa (tipo de tratamiento)

	Dureza máxima [HV]	Dureza a 0,1 mm [HV]	Dureza a 0,3 mm [HV]	Masa perdida (mg)	Tipo de acero
N t↑T↓	1133	598	524	0,8	1.2344
	811	625	401	2,6	F174
	672	479	376	1,5	F125
	787	635	424	2	F155
	506	474	398	2,05	F114
NC 2	892	762	397	1,4	1.2344
	825	522	425	2,1	F174
	487	429	347	2,55	F125
	551	432	389	1,7	F155
	452	436	382	1,85	F114
Sulfinizado	954	556	805	3,3	1.2344
	954	868	451	2,15	F174
	715	594	424	3,8	F125
	618	517	411	3,2	F155
	666	505	402	2,65	F114
NC 1	1163	860	559	1,8	1.2344
	912	614	390	2,1	F174
	678	638	369	2,25	F125
	572	472	376	1,85	F155
	530	408	330	1,7	F114
NC Sin	1148	432	348	1,9	1.2344
	772	614	380	2,55	F174
	672	577	450	2,9	F125
	772	636	389	2,3	F155
	638	517	501	3,5	F114

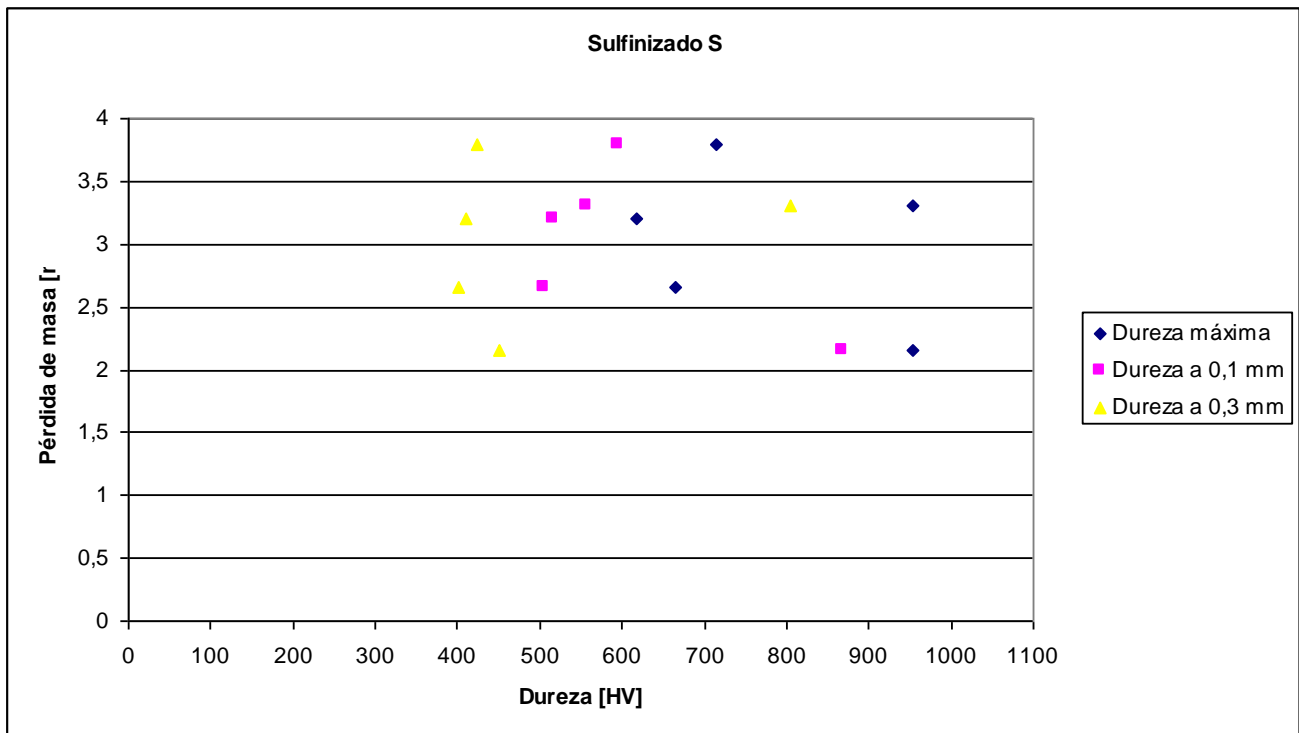
Tabla 4: Relación Dureza vs. Pérdida de masa en función del tratamiento



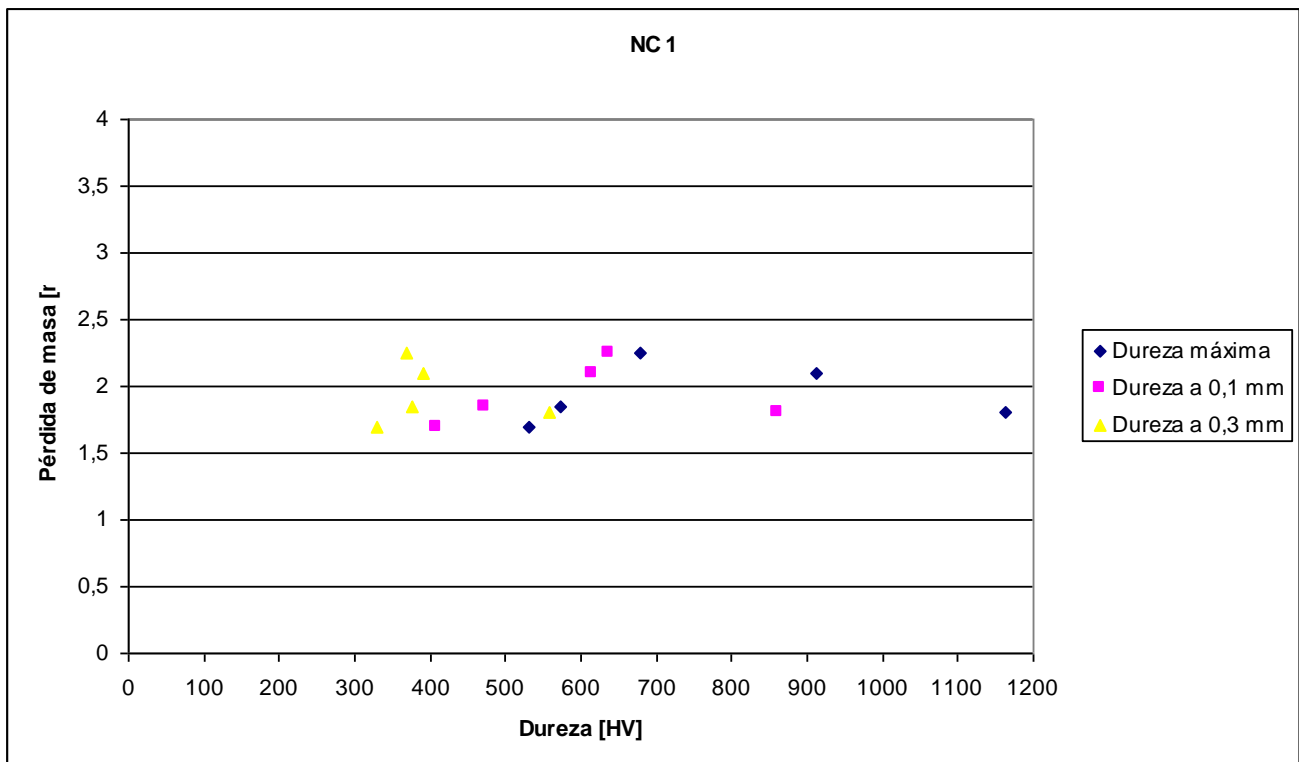
Gráfica 113: Pérdida de masa vs. Dureza, para el tratamiento N t↑T↓



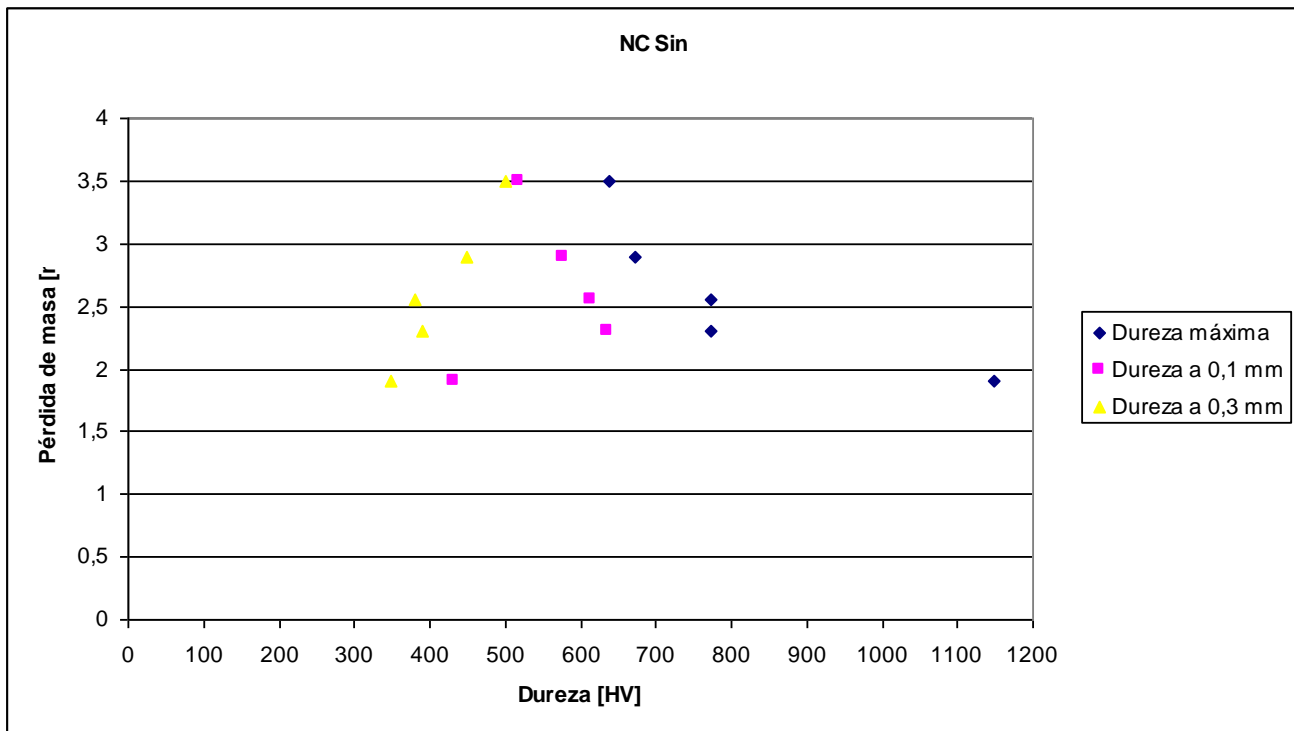
Gráfica 114: Pérdida de masa vs. Dureza, para el tratamiento NC 2



Gráfica 115: Pérdida de masa vs. Dureza, para el tratamiento Sulfinizado S



Gráfica 116: Pérdida de masa vs. Dureza, para el tratamiento NC 1



Gráfica 117: Pérdida de masa vs. Dureza, para el tratamiento NC Sin

En función de los tratamientos puede decirse lo siguiente:

El Sulfinizado **S** obtiene los peores resultados en términos de pérdida de masa en tres de los cinco aceros, luego es el tratamiento que peor soporta esfuerzos de desgaste, en contra de lo que dice la teoría. Esto puede ser debido a que el ensayo de fricción elegido para medir este parámetro (*Pin-on-Disc*) no era el que se ha utilizado en la bibliografía consultada. Además, en contra de lo que se esperaba, es el que mayor dureza máxima obtiene en tres de los cinco aceros, aunque el número de HV de diferencia no es suficiente como para asegurar que este tratamiento sea el más adecuado, frente a los otros tratamientos, para dar una dureza superficial máxima.

La nitrocarburación **NC 1** agrupa la nube de puntos en torno a 1,9 mg de masa perdida. Esto hace sugerir que la capa nitrocarburada obtenida con este tratamiento ofrece un comportamiento bastante constante, independientemente del acero utilizado.

Otros tratamientos que, aunque no son constantes en los resultados de pérdida de masa, ofrecen buenos resultados son la nitruración **N t↑T↓** (en torno a 1,8 mg perdidos) y la nitrocarburación **NC 2** (en torno a 1,9 mg perdidos).

Como se esperaba, ningún tratamiento ofrece unos resultados de dureza superficial constante con independencia del acero utilizado.

5.5. Análisis microestructural

En este apartado se mostrarán las capturas de imagen tomadas del núcleo y la superficie de las piezas tratadas y serán comentadas brevemente. Todas las probetas han sido atacadas con Nital al 4 % durante 6 - 10 segundos.

Nitrocarburation NC 1

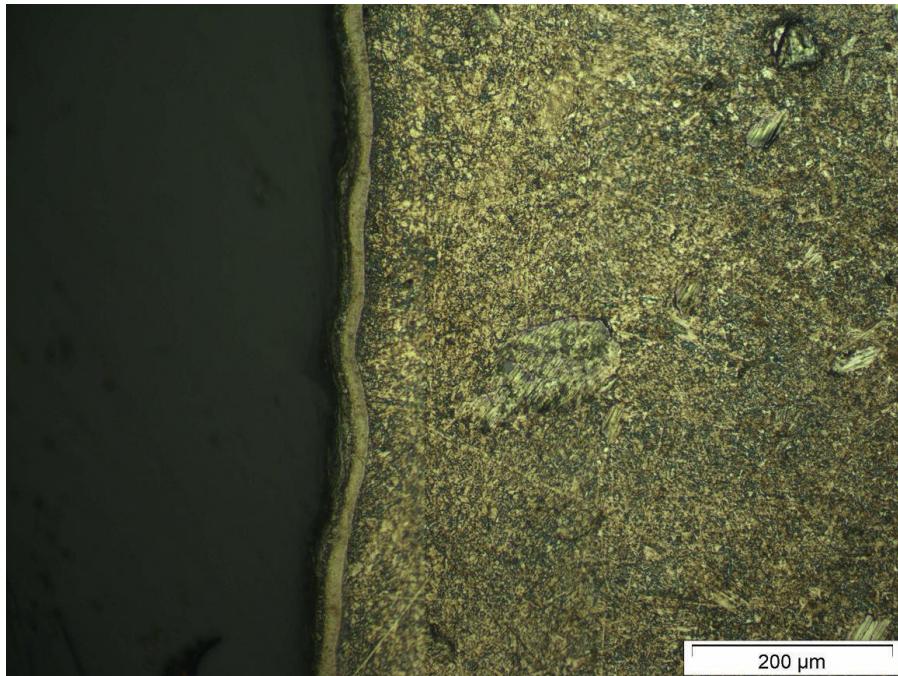


Figura 118: Vista de la superficie del acero F-114 nitrocarburado tipo NC 1

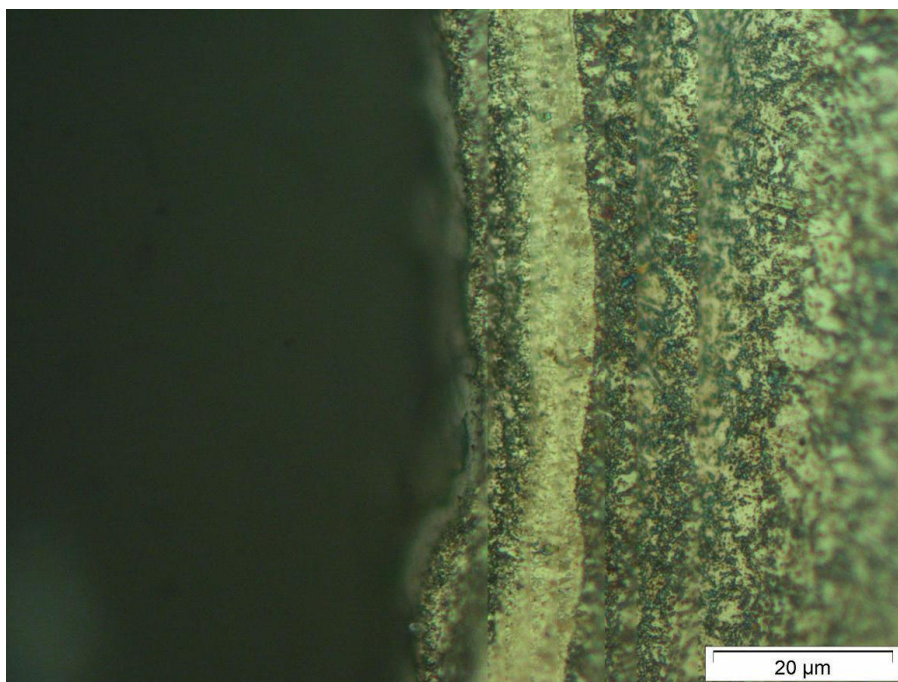


Figura 119: Vista de detalle de la superficie del acero F-114 nitrocarburado tipo NC 1

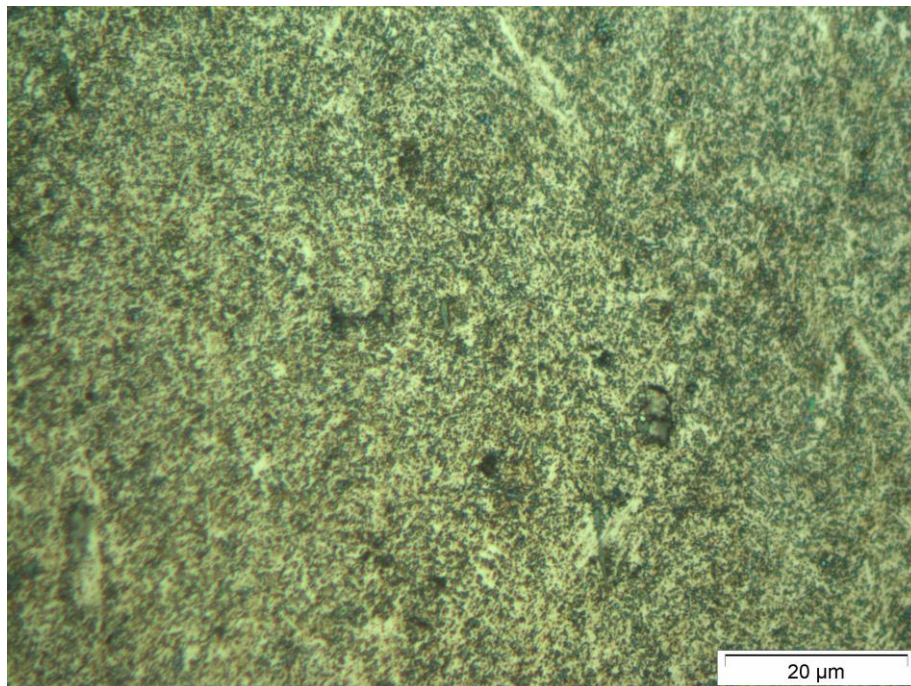


Figura 120: Vista del núcleo del acero F-114 nitrocarburado tipo NC 1, martensita revenida.

Este acero muestra un núcleo de martensita revenida. La capa blanca se ha formado en el interior y mide unas 30 micras de espesor. El espesor de la capa de difusión se ha medido según norma, alcanzando un total de 240 micras, aproximadamente. La capa de magnetita no se aprecia.

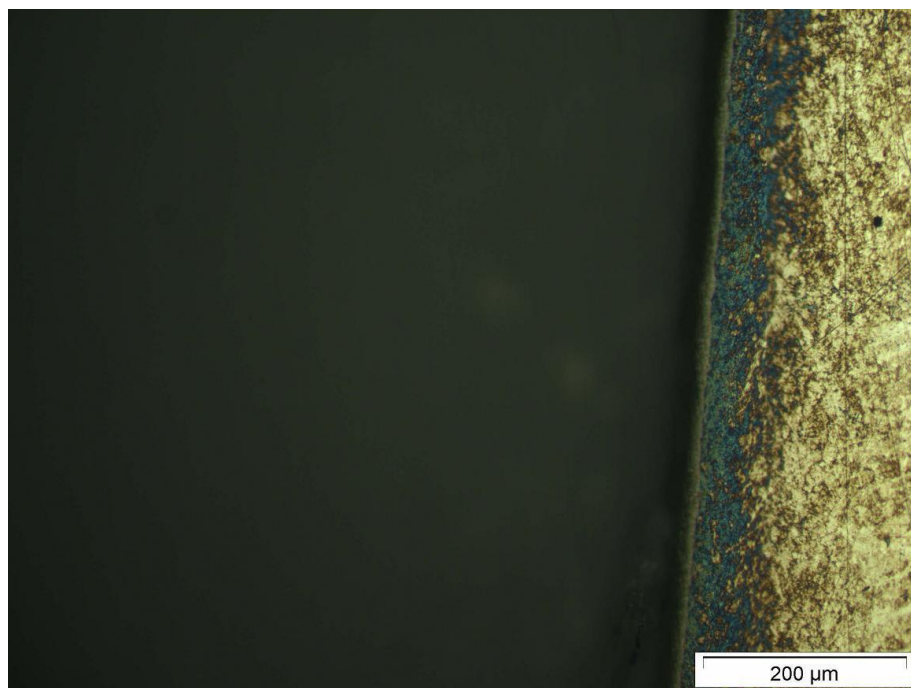


Figura 121: Vista de la superficie del acero F-125 nitrocarburado tipo NC 1

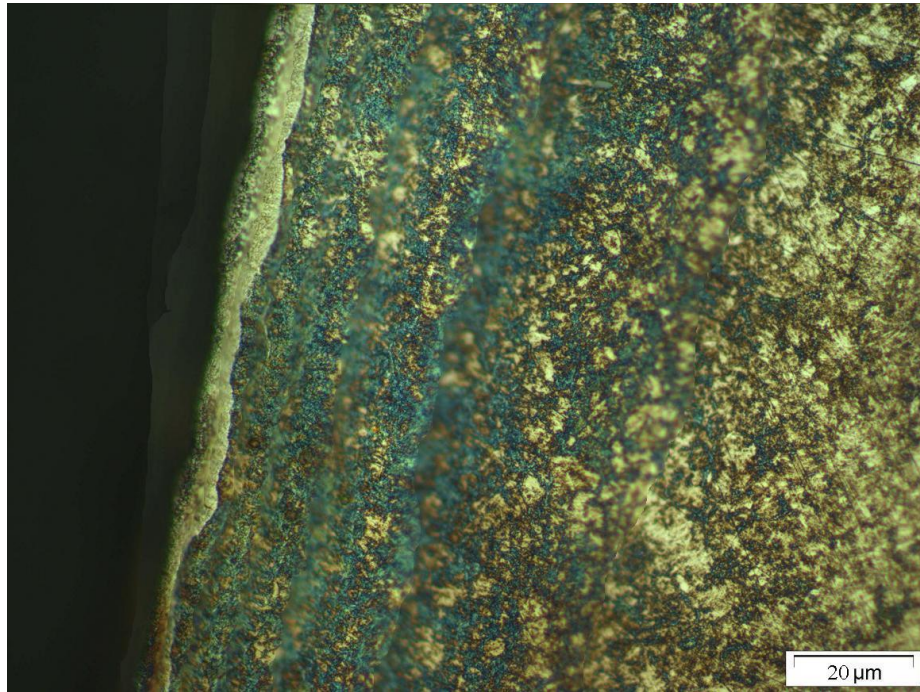


Figura 122: Vista de detalle de la superficie del acero F-125 nitrocarburado tipo NC 1

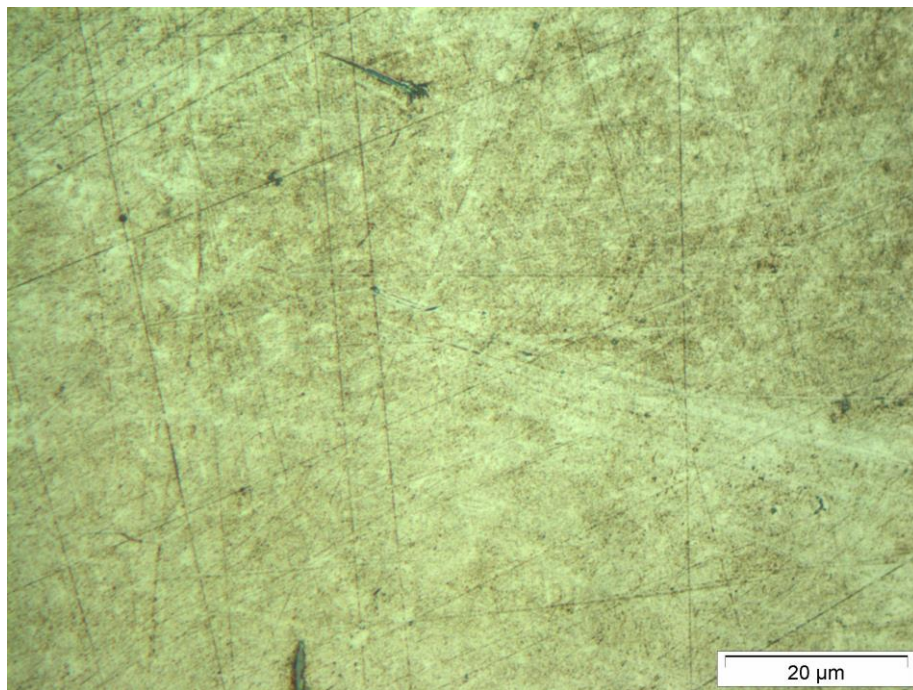


Figura 123: Vista del núcleo del acero F-125 nitrocarburado tipo NC 1, no atacado.

El núcleo de este acero no se ha visto afectado por el ataque químico y no se distingue su estructura. La capa blanca de este acero no tiene un espesor constante. Se ha formado en el interior con un espesor medio de 13 micras. La capa de difusión se ha determinado visualmente en 250 micras, aproximadamente. La capa de magnetita no se aprecia.

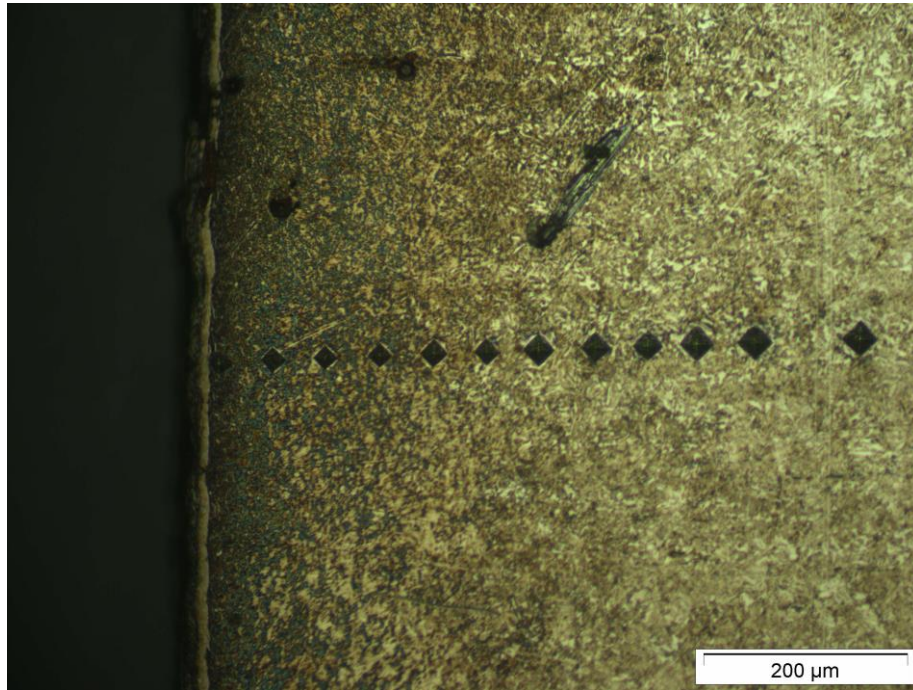


Figura 124: Huellas dejadas tras el ensayo de microdureza Vickers en el acero F-155 nitrocarburado tipo NC 1

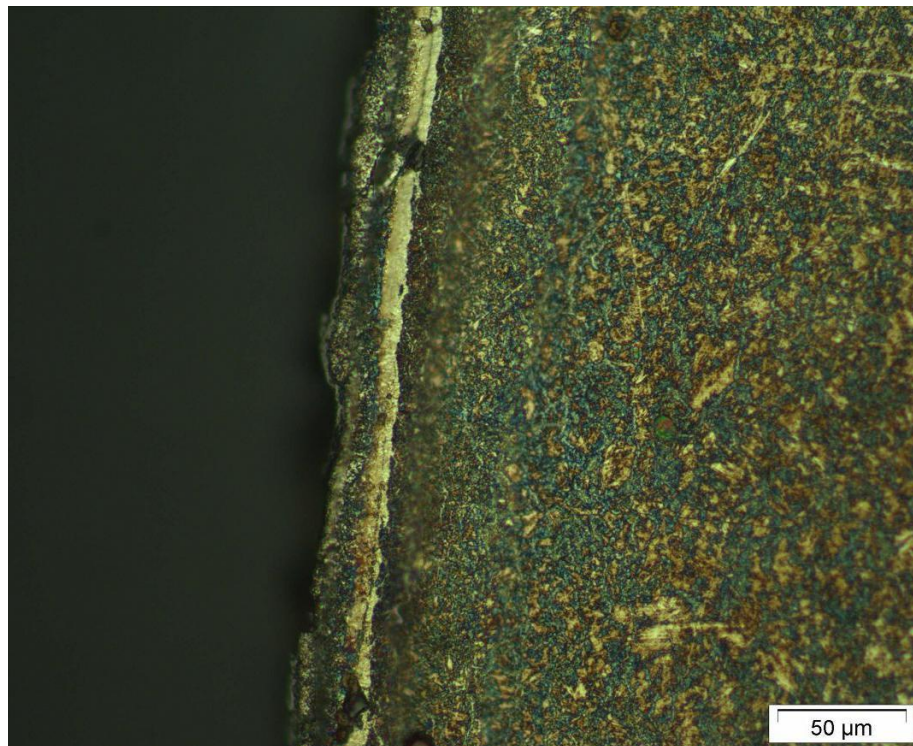


Figura 125: Vista de la superficie del acero F-155 nitrocarburado tipo NC 1

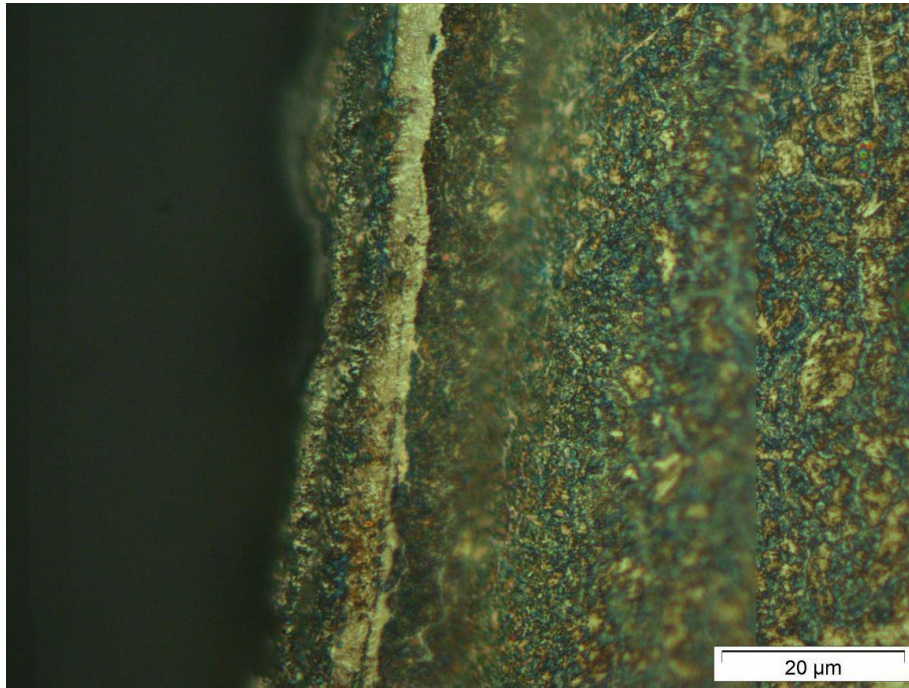


Figura 126: Vista de detalle de la superficie del acero F-155 nitrocarburado tipo NC 1

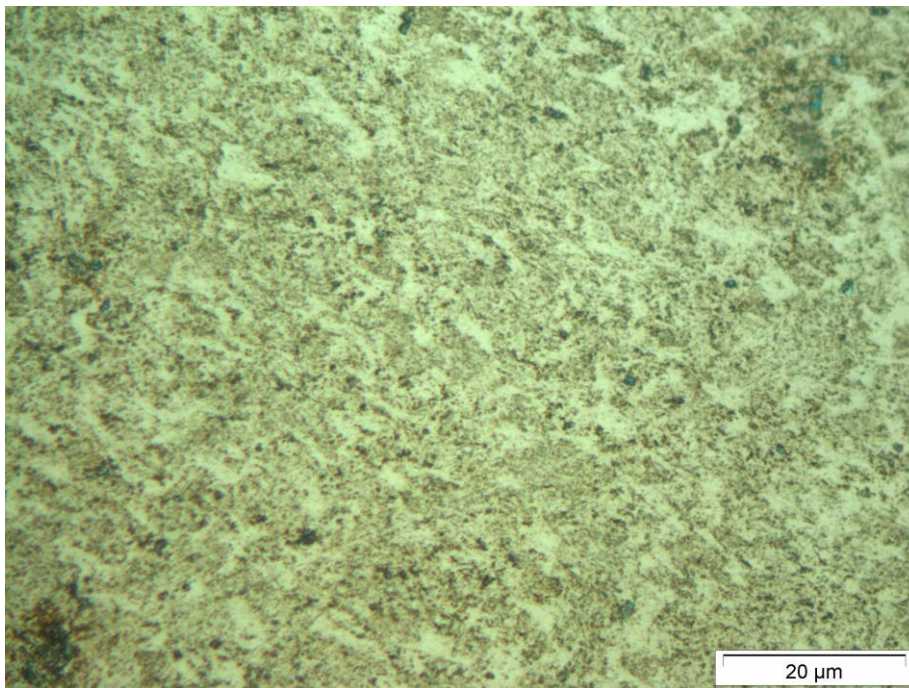


Figura 127: Vista del núcleo del acero F-155 nitrocarburado tipo NC 1, ferrita y perlita.

La estructura de núcleo de este acero está formada por perlita y ferrita. Su capa blanca es interior de unas 12 micras, y el espesor de la capa de difusión es de unas 280 micras, determinado mediante norma. La capa de magnetita no se aprecia.

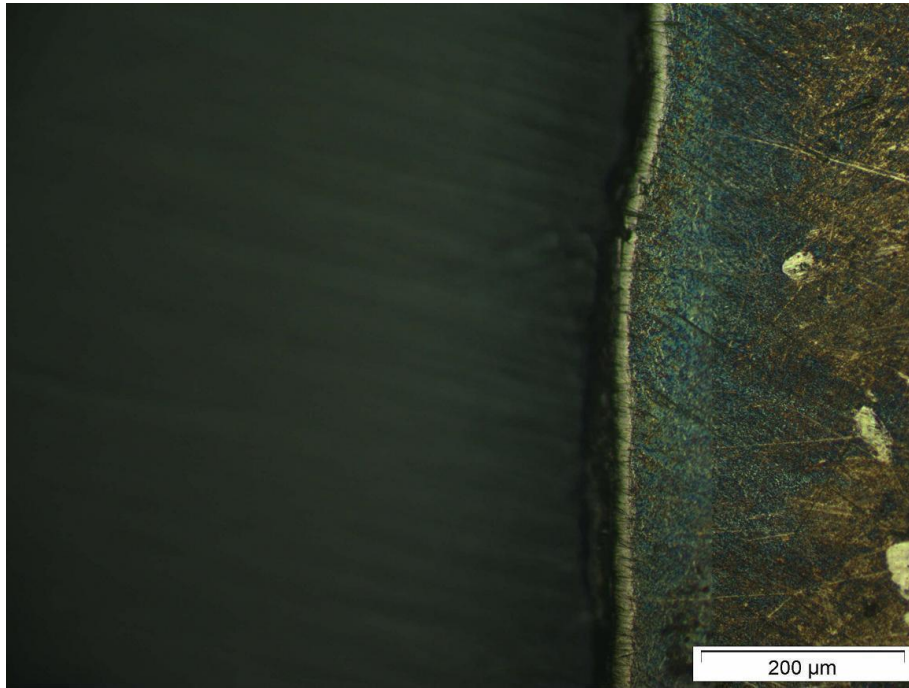


Figura 128: Vista de la superficie del acero F-174 nitrocarburado tipo NC 1

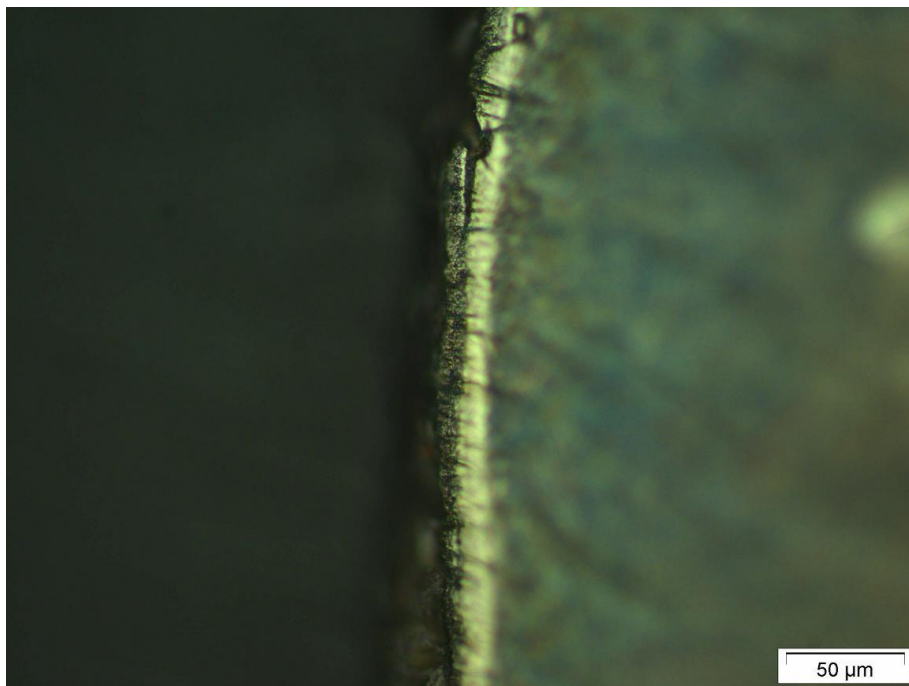


Figura 129: Vista de detalle de la superficie del acero F-174 nitrocarburado tipo NC 1

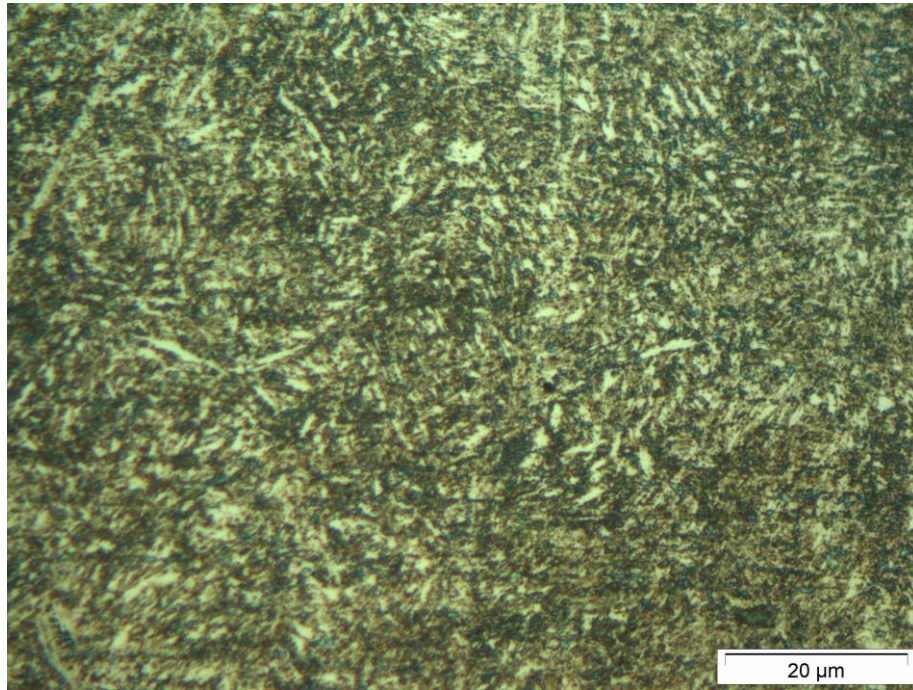


Figura 130: Vista del núcleo del acero F-174 nitrocarburado tipo NC 1, martensita revenida.

El núcleo de este acero está formado por martensita revenida. Se ha conseguido una capa blanca exterior de unas 12 micras, con un 40 % de porosidad, localizada en la zona más externa de la capa. La línea que separa ambas zonas ha resultado ser quebradiza, como puede apreciarse en la *Figura 129*. La capa de difusión se ha determinado visualmente en 200 micras, aproximadamente. La capa de magnetita no se aprecia.

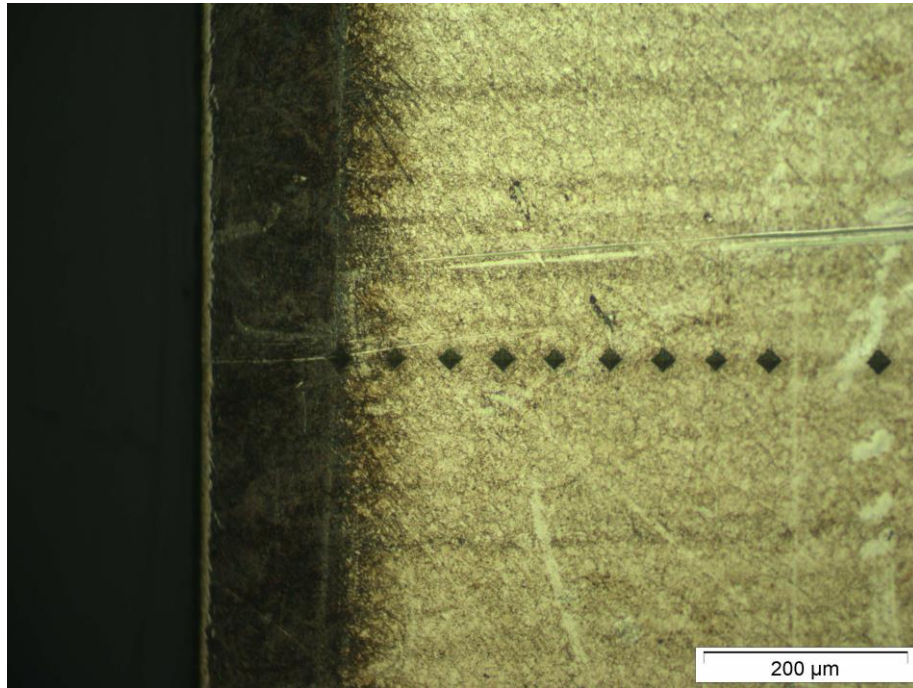


Figura 131: Huellas dejadas tras el ensayo de microdureza Vickers en el acero 1.2344 nitrocarburado tipo NC 1

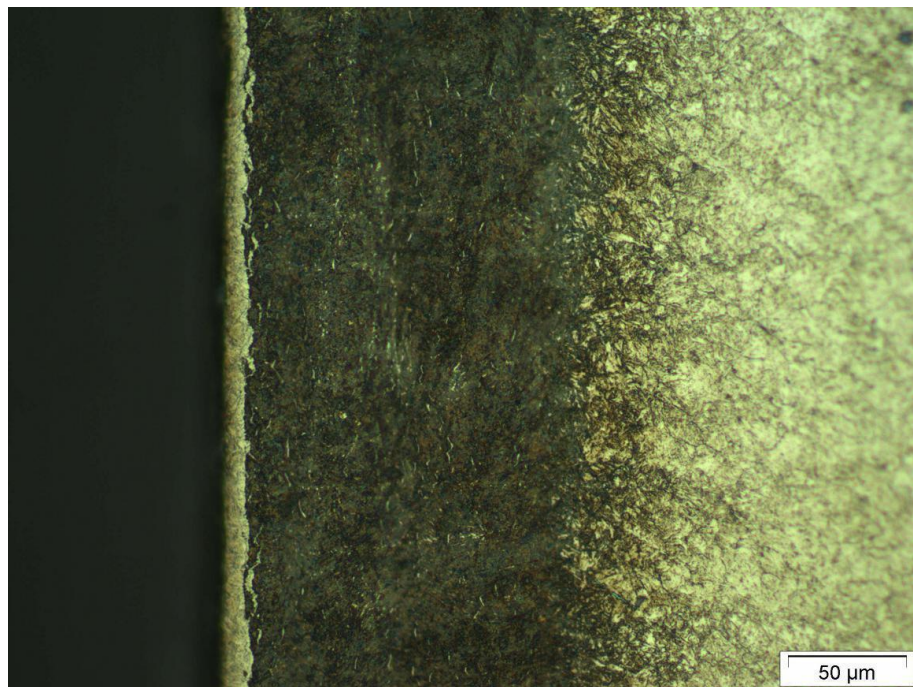


Figura 132: Vista de la superficie del acero 1.2344 nitrocarburado tipo NC 1

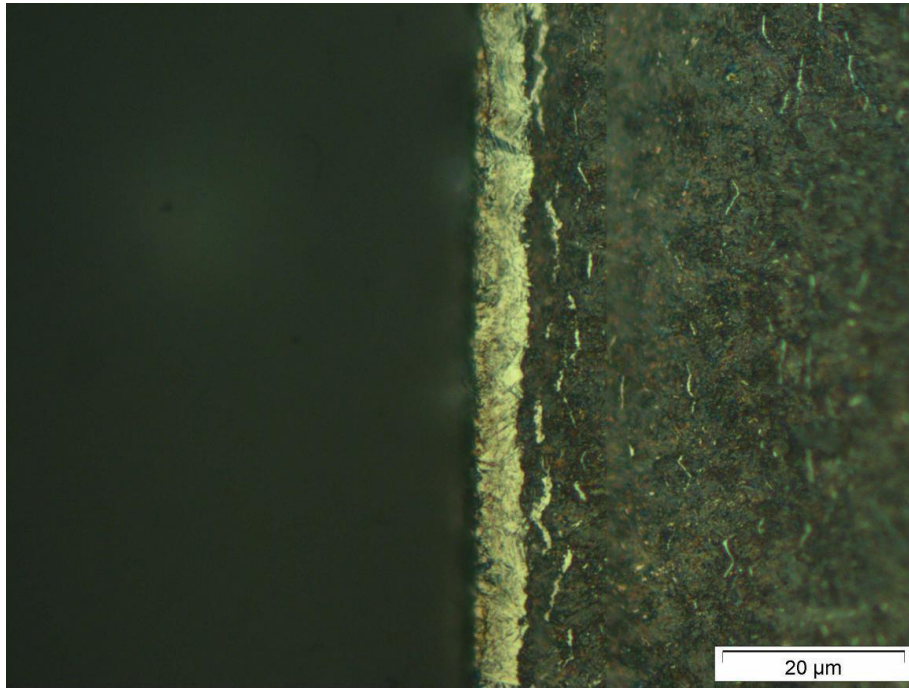


Figura 133: Vista de detalle de la superficie del acero 1.2344 nitrocarburado tipo NC 1

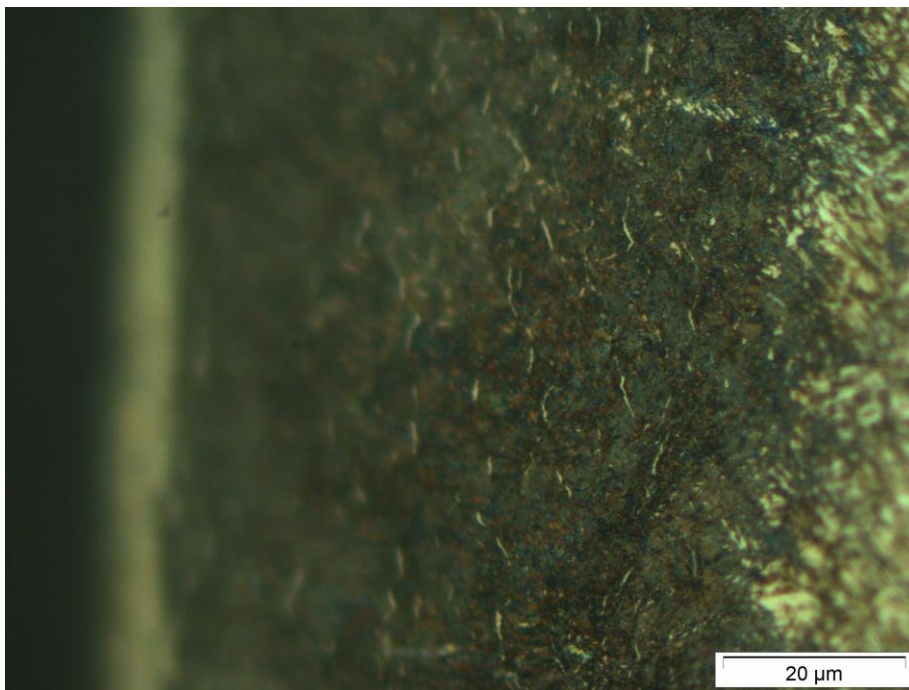


Figura 134: Vista de la capa de difusión del acero 1.2344 nitrocarburado tipo NC 1

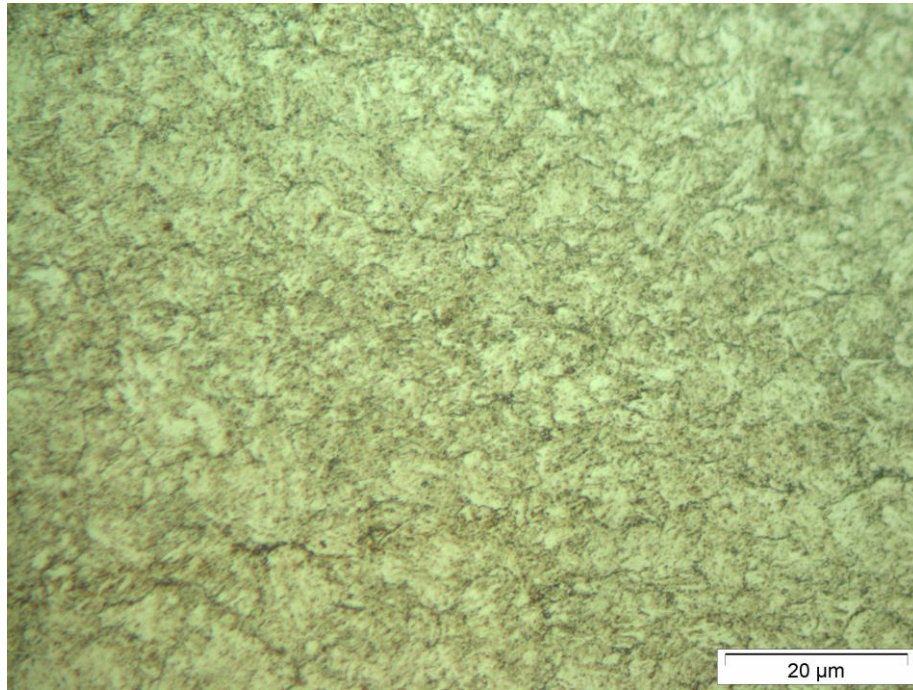


Figura 135: Vista del núcleo del acero 1.2344 nitrocarburado tipo NC 1, no atacado.

El núcleo de este acero no ha resultado afectado por el reactivo químico debido al alto contenido en cromo del acero. La capa blanca es exterior, de unas 12 micras, y muestra precipitados de nitruro de hierro al comienzo de la zona de difusión. Estos precipitados llamados comúnmente “cabello de ángel” son perjudiciales para el acero ya que concentran las tensiones de Hertz producidas en fenómenos de fricción, entre otros, y suelen llevar a desconchamientos en el acero. La capa de difusión abarca unas 140 micras, y aparece una zona de transición entre la zona de difusión y el núcleo, de unas 41 micras de espesor. La capa de magnetita no se aprecia.

Nitrocarburation NC Sin

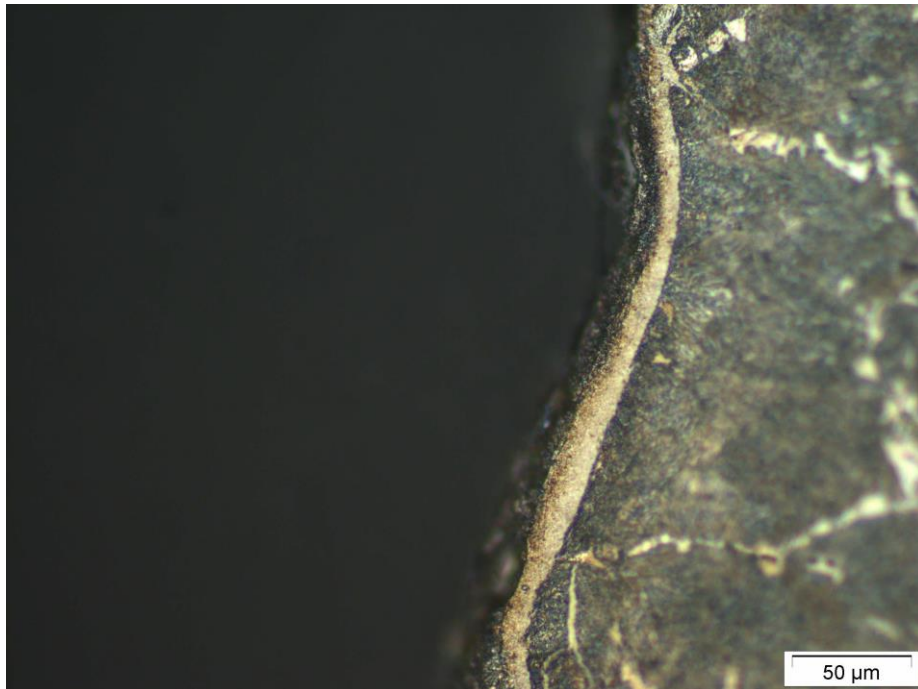


Figura 136: Vista de la superficie del acero F-114 nitrocarburado tipo NC Sin

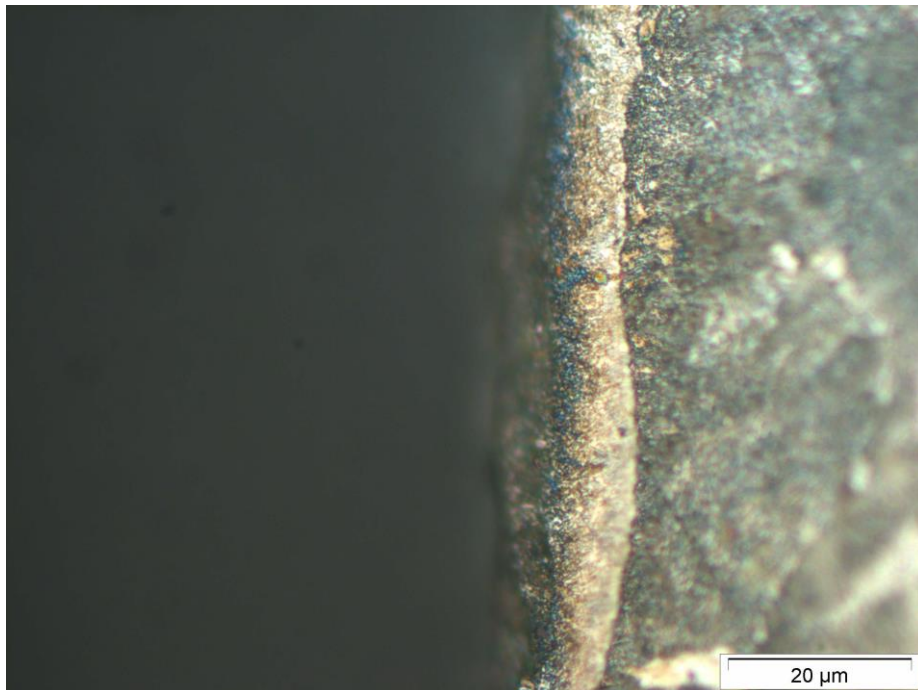


Figura 137: Vista de detalle de la superficie del acero F-114 nitrocarburado tipo NC Sin

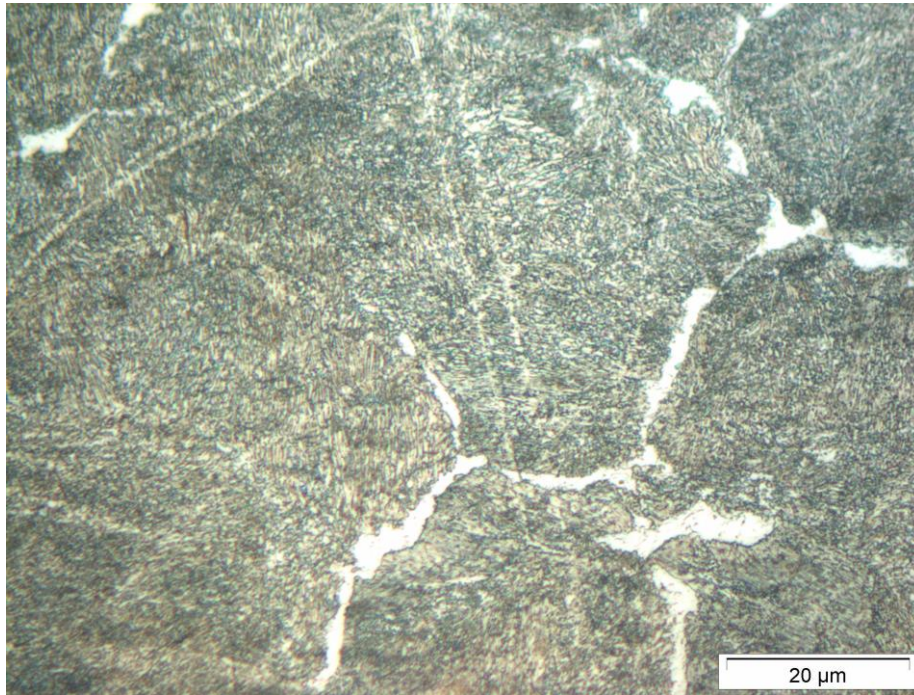


Figura 138: Vista del núcleo del acero F-114 nitrocarburado tipo NC Sin, perlita y bordes de ferrita.

El núcleo de este acero presenta una estructura de perlita rodeada de ferrita. La capa blanca es exterior, de unas 30 micras. Presenta entre un 10 y un 15 % de porosidad en la zona más externa. La capa de difusión tiene un espesor de 320 micras, medido según norma. La capa de magnetita no se aprecia.

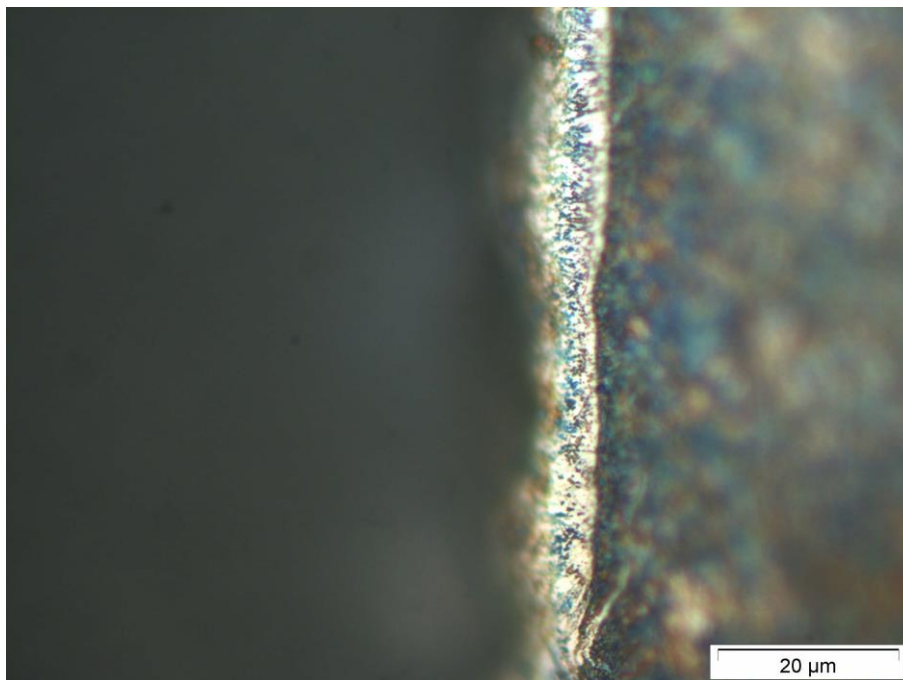


Figura 139: Vista de detalle de la superficie del acero F-125 nitrocarburado tipo NC Sin

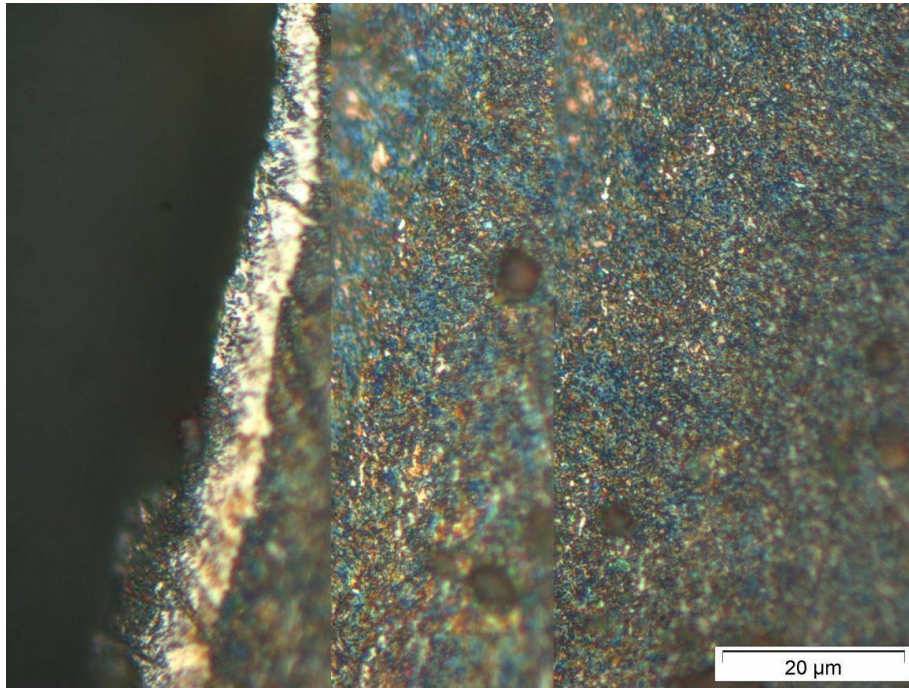


Figura 140: Vista de detalle de la superficie del acero F-125 nitrocarburado tipo NC Sin

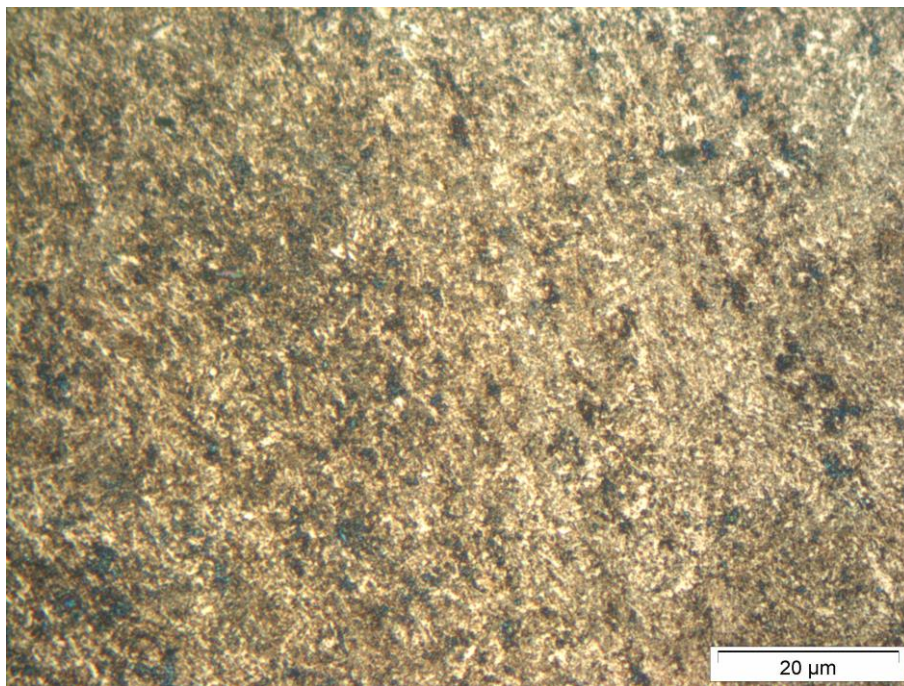


Figura 141: Vista del núcleo del acero F-125 nitrocarburado tipo NC Sin, martensita revenida con ferrita.

El núcleo de este acero está formado por martensita revenida en matriz de ferrita. Su capa blanca mide unas 20 micras, y presenta un 20 % de porosidad en su zona externa. Su capa de difusión mide unas 200 micras, medidas mediante norma. La capa de magnetita no se aprecia.

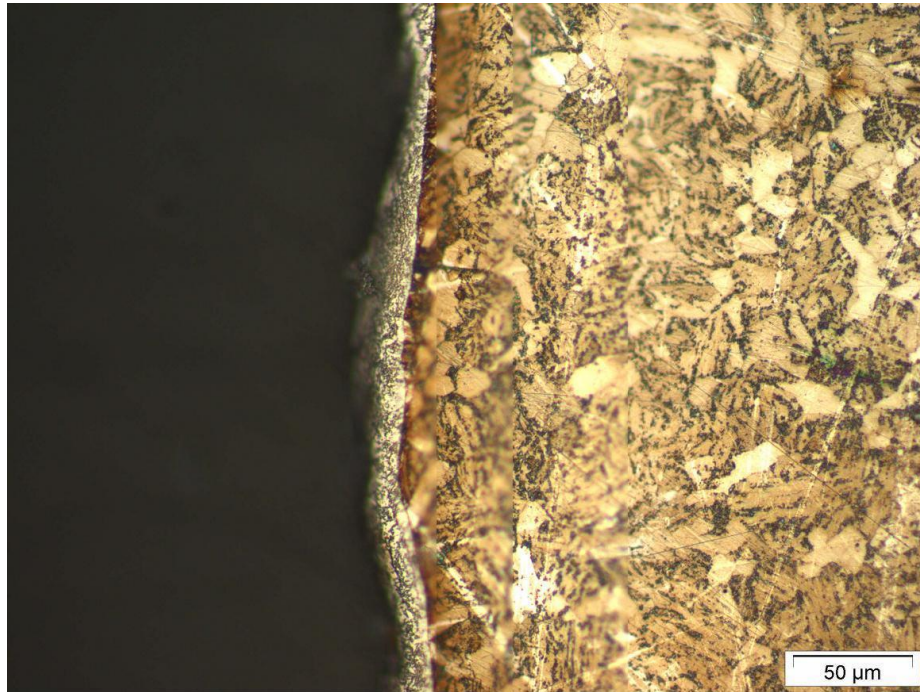


Figura 142: Vista de la superficie del acero F-155 nitrocarburado tipo NC Sin

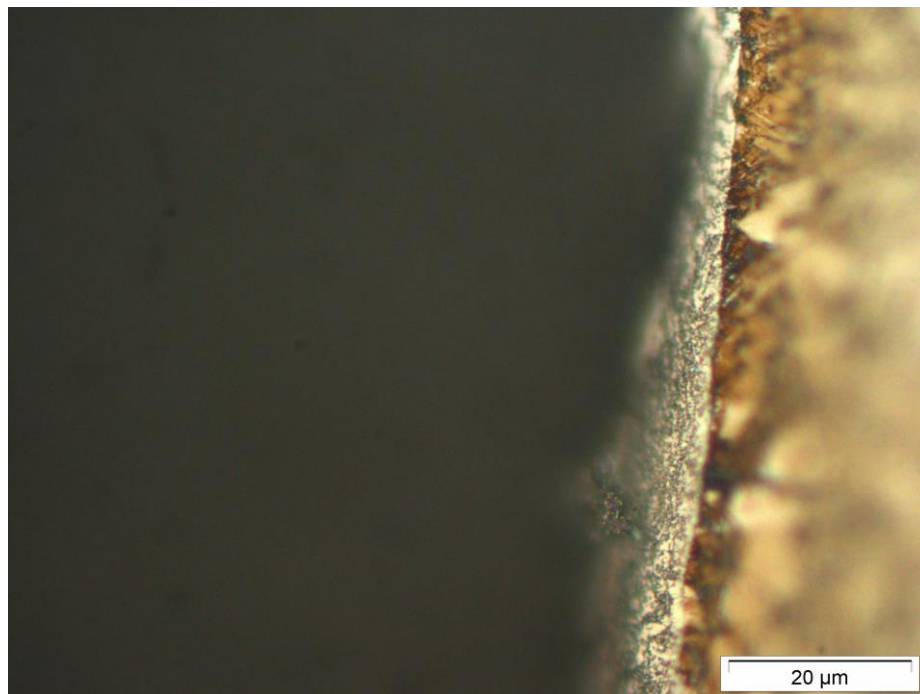


Figura 143: Vista de detalle de la superficie del acero F-155 nitrocarburado tipo NC Sin

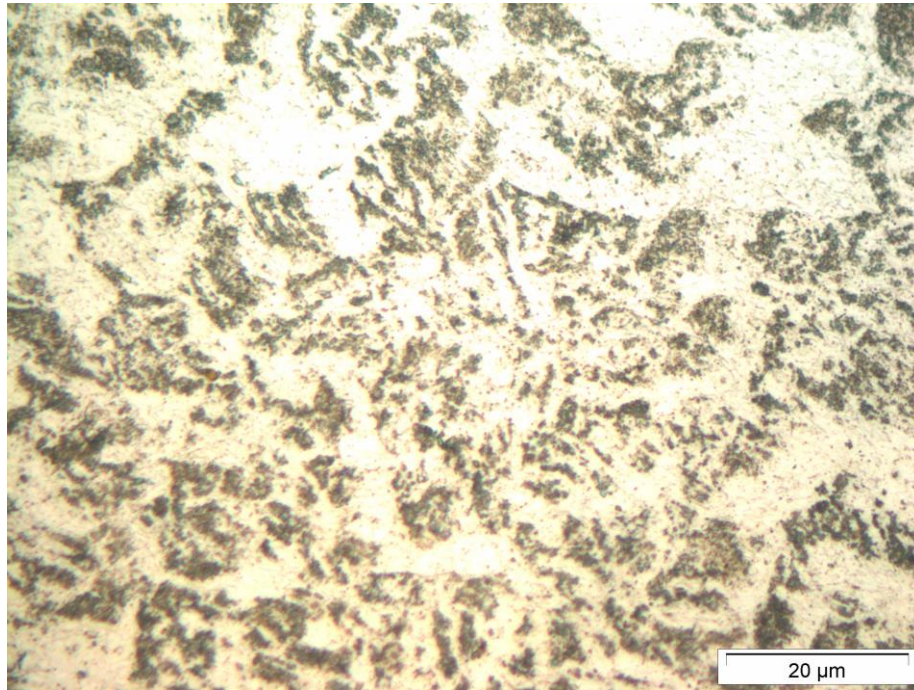


Figura 144: Vista del núcleo del acero F-155 nitrocarburado tipo NC Sin, ferrita y perlita.

La estructura de núcleo de este acero está formada por perlita en matriz de ferrita. Se ha formada una capa blanca de unas 12 micras, con aproximadamente un 30 % de porosidad. La capa de difusión mide unas 260 micras, medidas siguiendo la norma. La capa de magnetita no se aprecia.

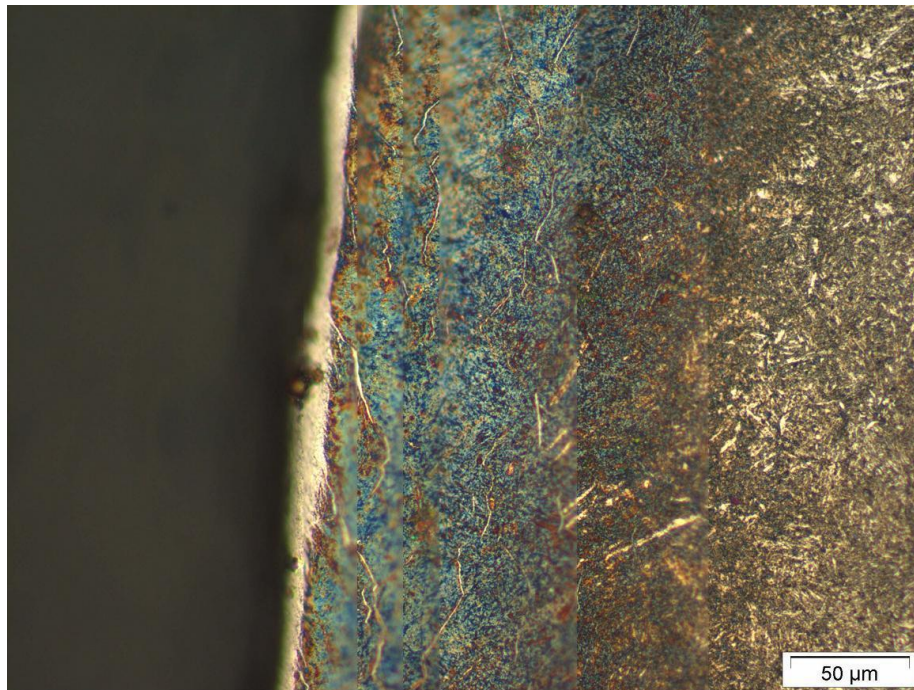


Figura 145: Vista de la superficie del acero F-174 nitrocarburado tipo NC Sin

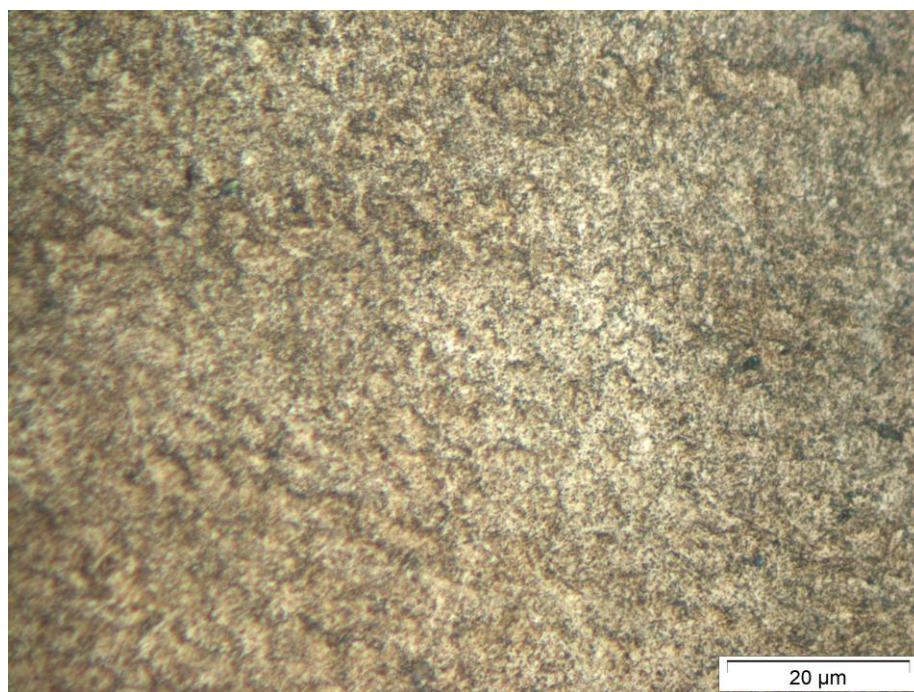


Figura 146: Vista del núcleo del acero F-174 nitrocarburado tipo NC Sin, perlita y ferrita.

La estructura de núcleo de este acero es de perlita fina y ferrita. La capa blanca es de unas 10 micras, y se han formado bandas de nitruro de hierro en la zona de difusión, perjudiciales por facilitar un desconchamiento de la capa nitrurada más superficial. La zona de difusión mide unas 200 micras, medidas mediante norma. También presenta una zona de transición entre la zona de difusión y el núcleo de 25 micras, aproximadamente. La capa de magnetita no se aprecia.

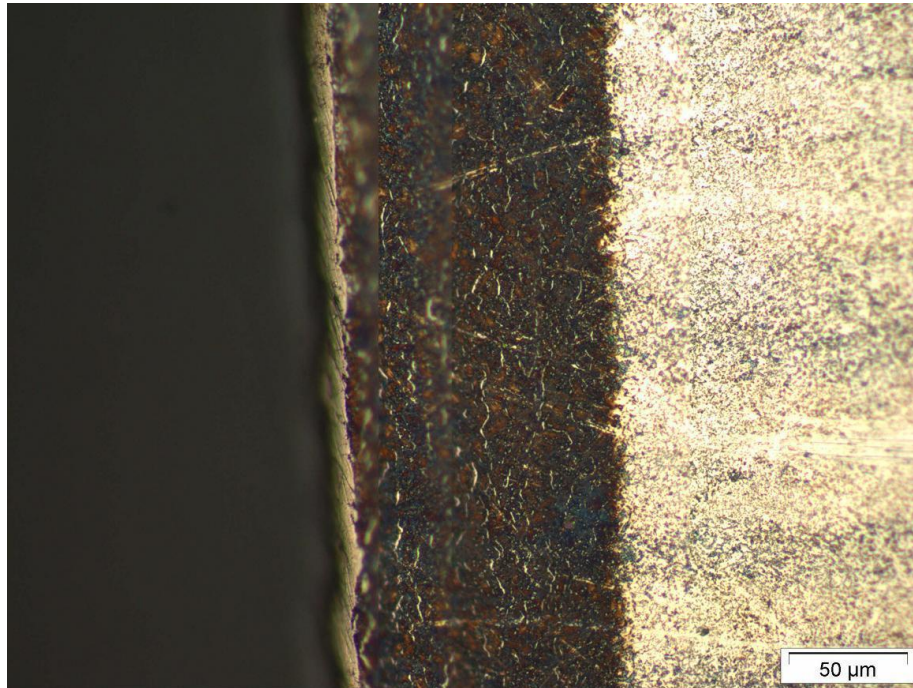


Figura 147: Vista de la superficie del acero 1.2344 nitrocarburado tipo NC Sin

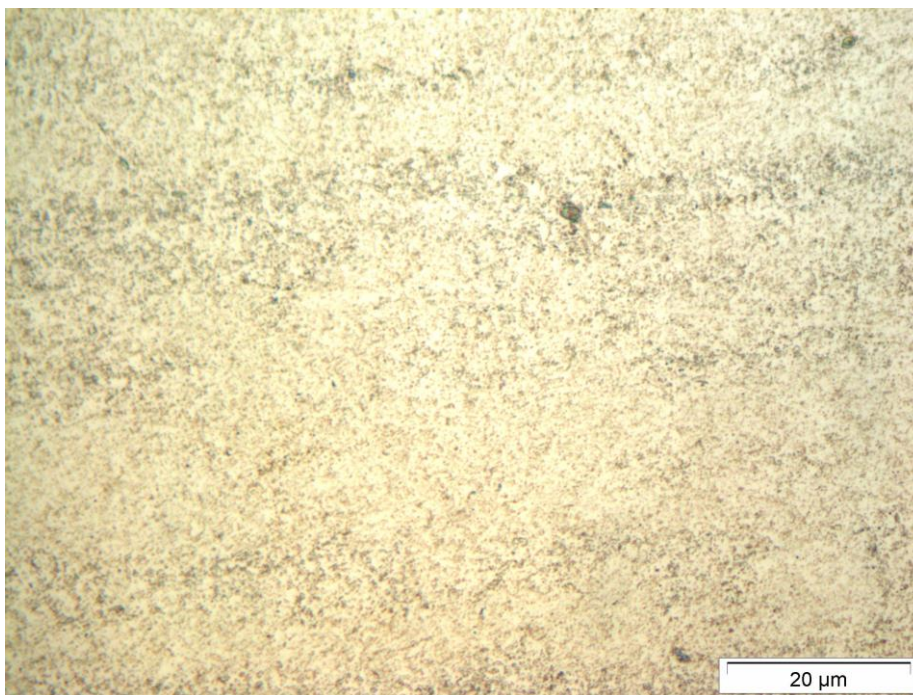


Figura 148: Vista del núcleo del acero 1.2344 nitrocarburado tipo NC Sin, sin atacar.

El núcleo de este acero no se ha visto muy afectado por el Nital, aunque pueden apreciarse la precipitación de algunos carburos. La capa blanca formada es de unas 10 micras. Se ha formado cabello de ángel en buena parte de la zona de difusión. Ésta última ha obtenido un espesor aproximado de 110 micras. La capa de magnetita no se aprecia.

9.3. Nitruración N t↑T↓

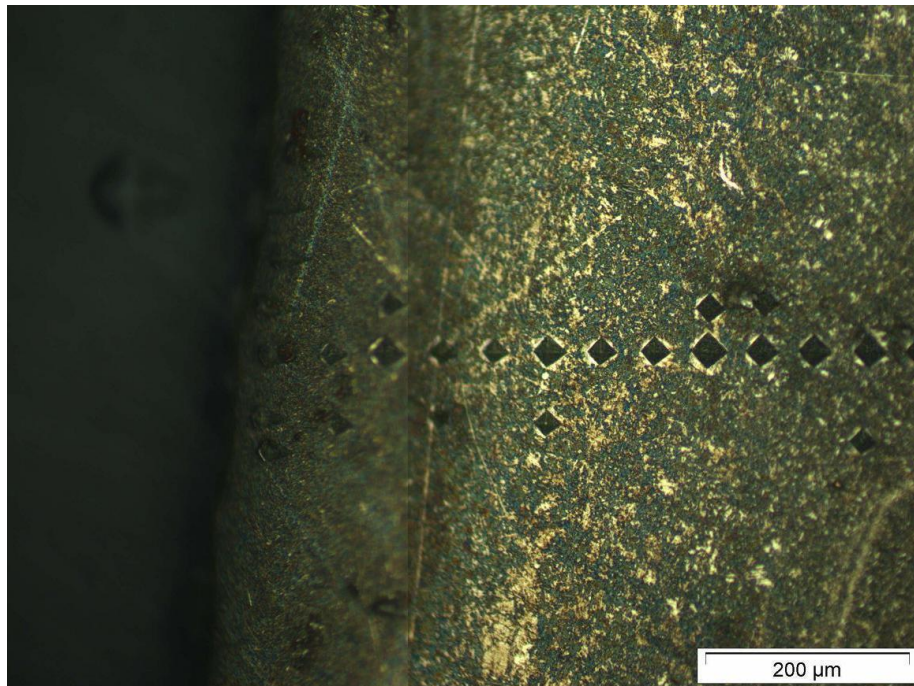


Figura 149: Huellas dejadas tras el ensayo de microdureza Vickers en el acero F-114 nitrurado tipo N t↑T↓

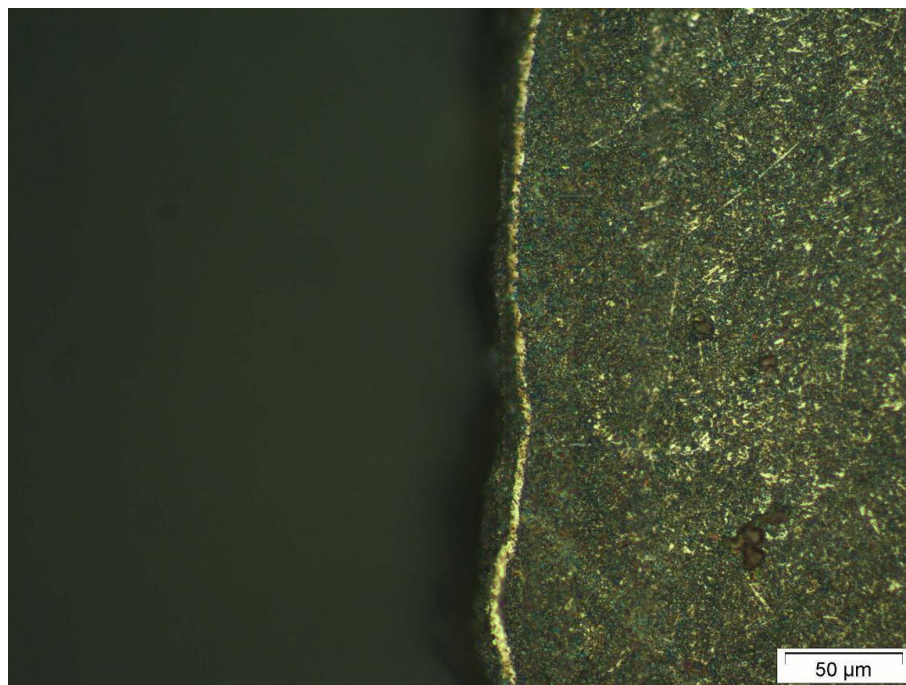


Figura 150: Vista de la superficie del acero F-114 nitrurado tipo t↑T↓

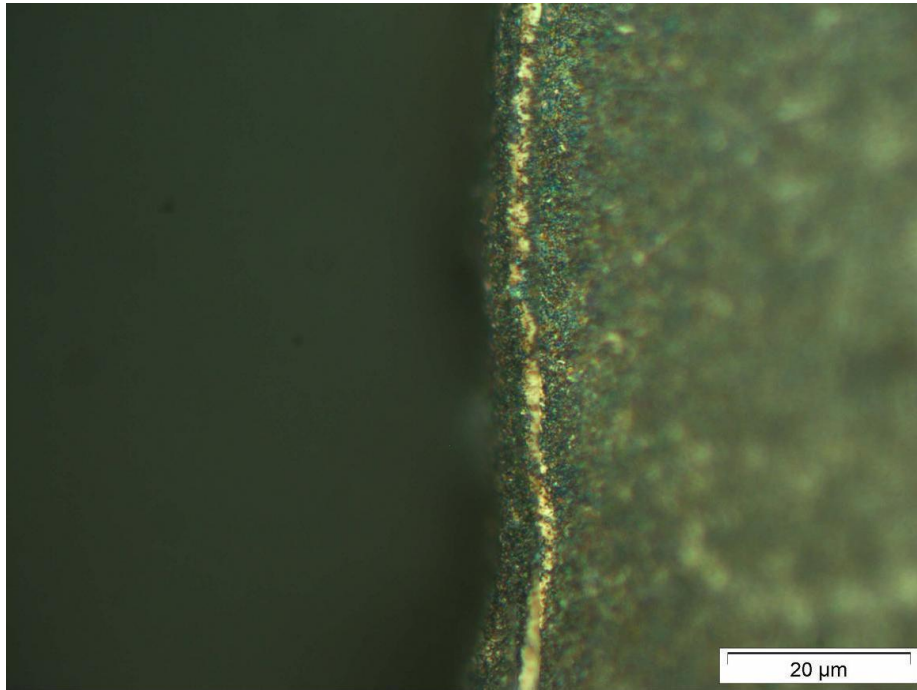


Figura 151: Vista de detalle de la superficie del acero F-114 nitrurado tipo N $\uparrow T \downarrow$

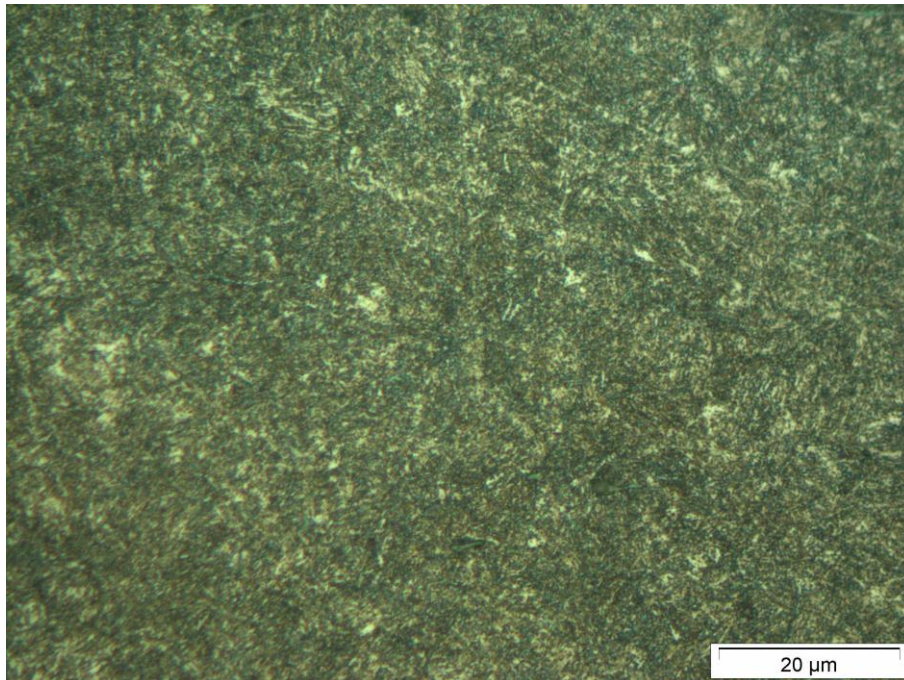


Figura 152: Vista del núcleo del acero F-114 nitrurado tipo N $\uparrow T \downarrow$,

El núcleo de este acero esta formado de perlita fina y ferrita. La capa blanca es muy tenue y se ha formado en el interior. Mide sólo unas 6 micras. La capa de difusión se ha determinado visualmente en 200 micras, aproximadamente.

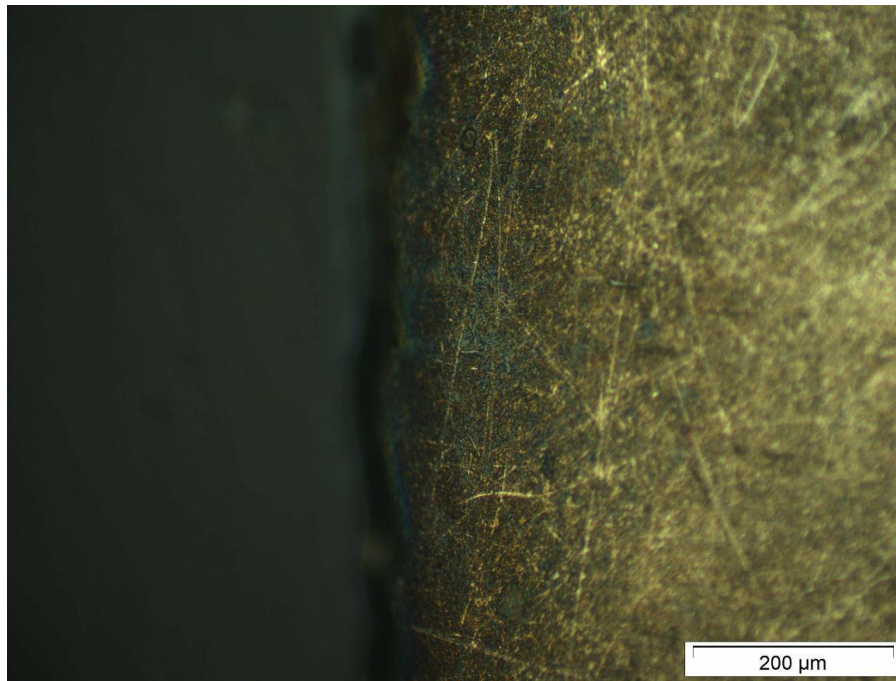


Figura 153: Vista de la superficie del acero F-125 nitrurada tipo N t↑T↓

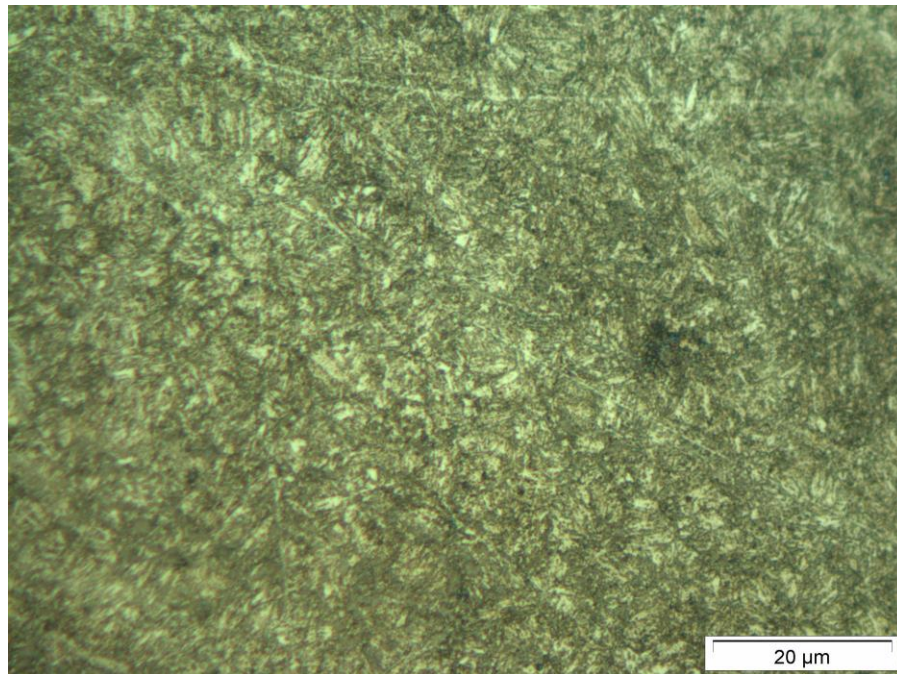


Figura 154: Vista del núcleo del acero F-125 nitrurada tipo N t↑T↓, martensita revenida.

La estructura de núcleo de este acero está formada por martensita revenida. No se ha conseguido capa blanca. La capa de difusión puede determinarse visualmente en 200 micras, aproximadamente.

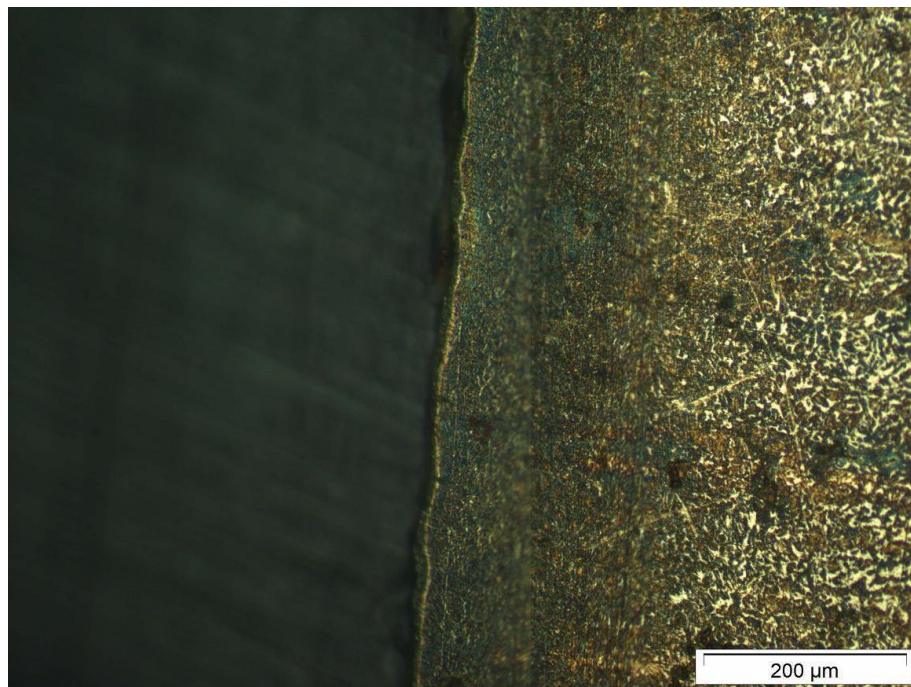


Figura 155: Vista de la superficie del acero F-155 nitrurada tipo N t↑T↓

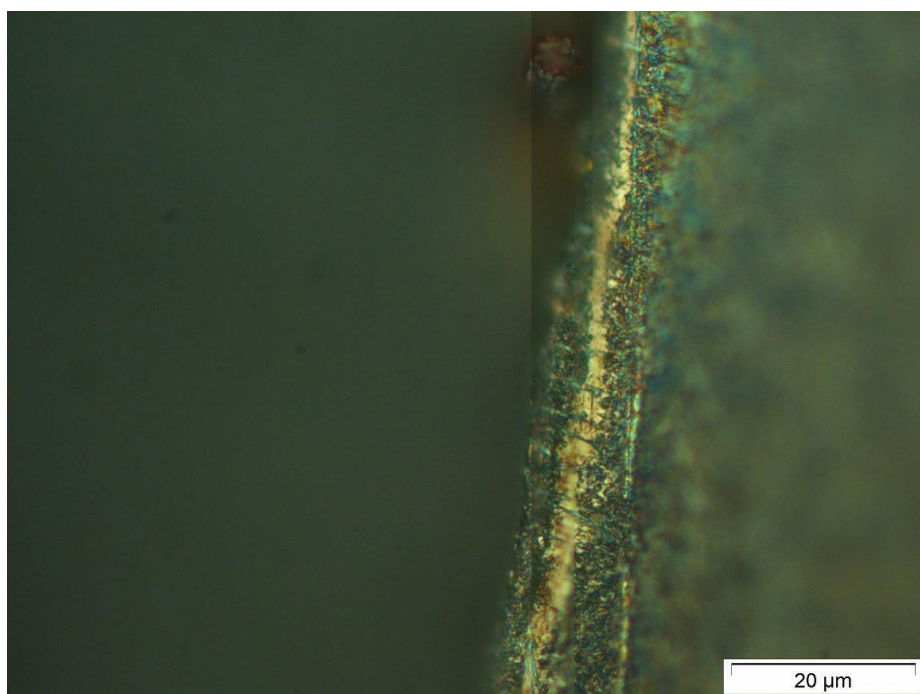


Figura 156: Vista de detalle de la superficie del acero F-155 nitrurada tipo N t↑T↓

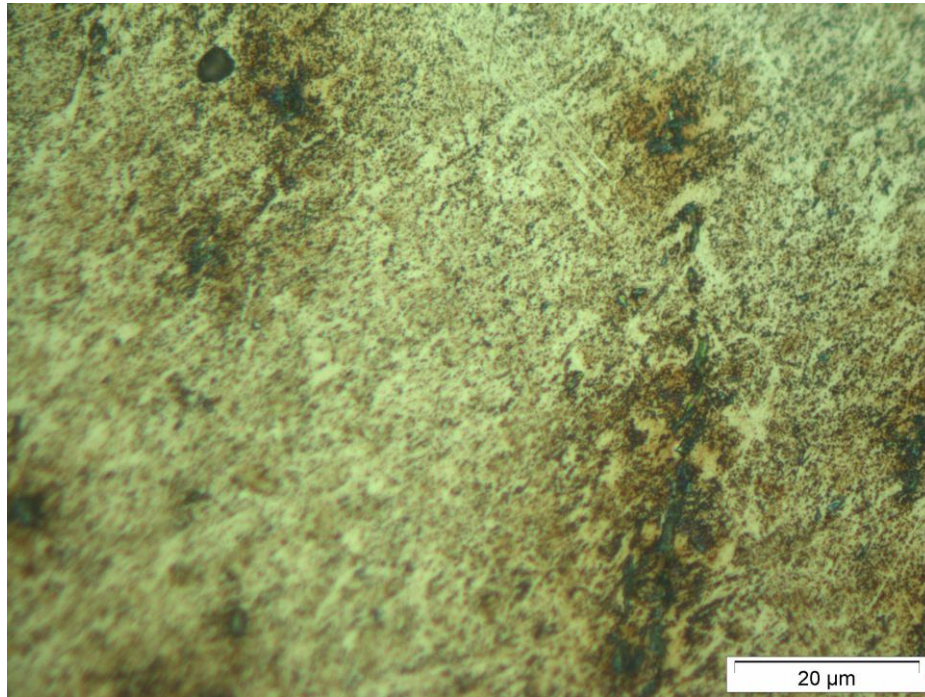


Figura 157: Vista del núcleo del acero F-155 nitrurada tipo N t↑T↓, ferrita con carburos.

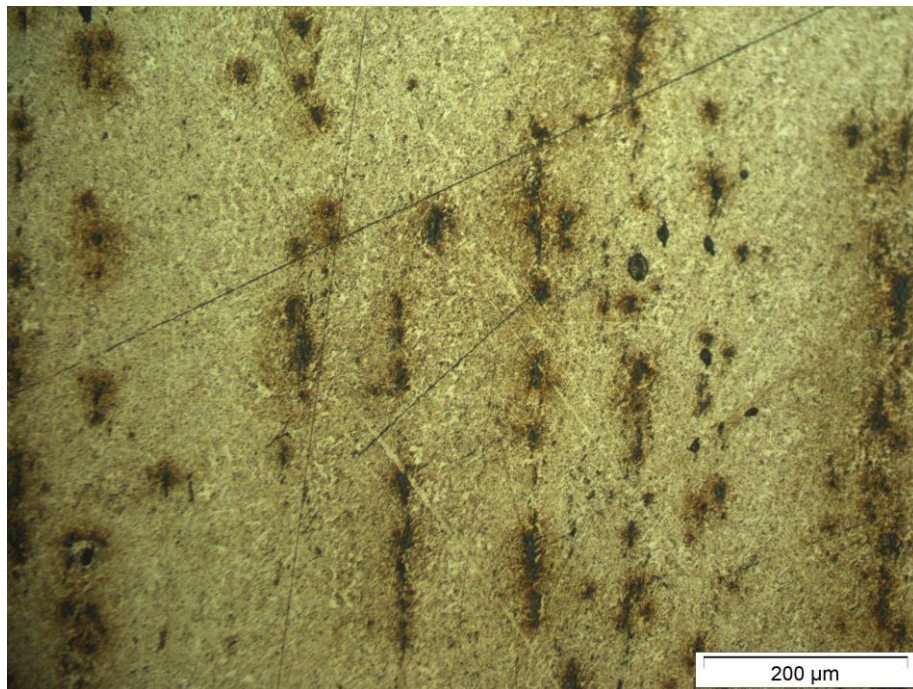


Figura 158: Vista de detalle del núcleo del acero F-155 nitrurada tipo N t↑T↓, ferrita con carburos.

La estructura de núcleo de este acero esta formada por carburos en matriz de ferrita, con precipitados de carácter desconocido. La capa blanca es interior, de muy poco espesor y muy tenue (unas 3 micras). La capa de difusión, determinada según norma, es de 270 micras.

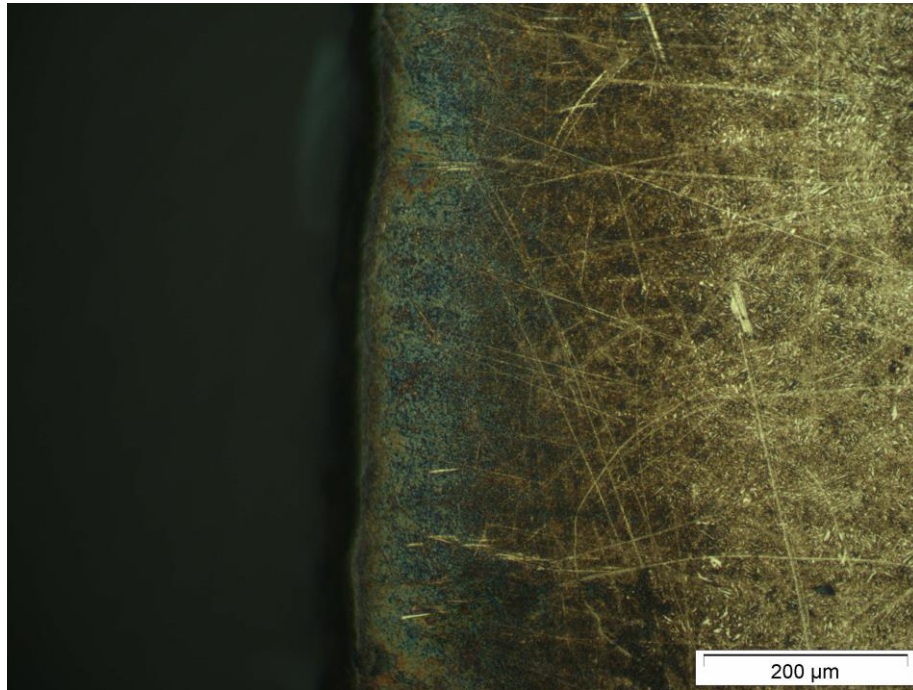


Figura 159: Vista de la superficie del acero F-174 nitrurado tipo N t↑T↓

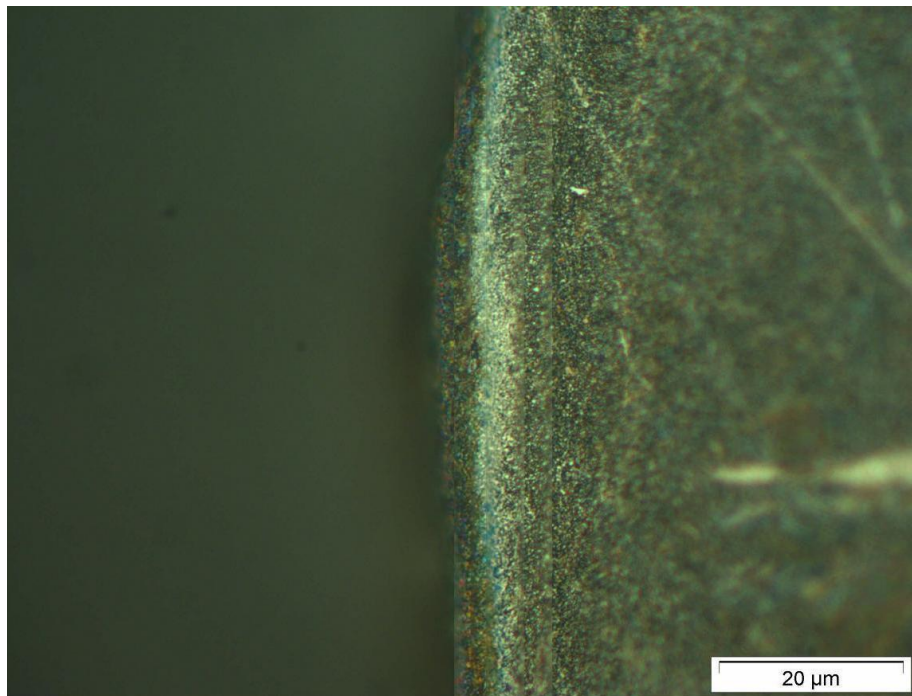


Figura 160: Vista de detalle de la superficie del acero F-174 nitrurado tipo N t↑T↓

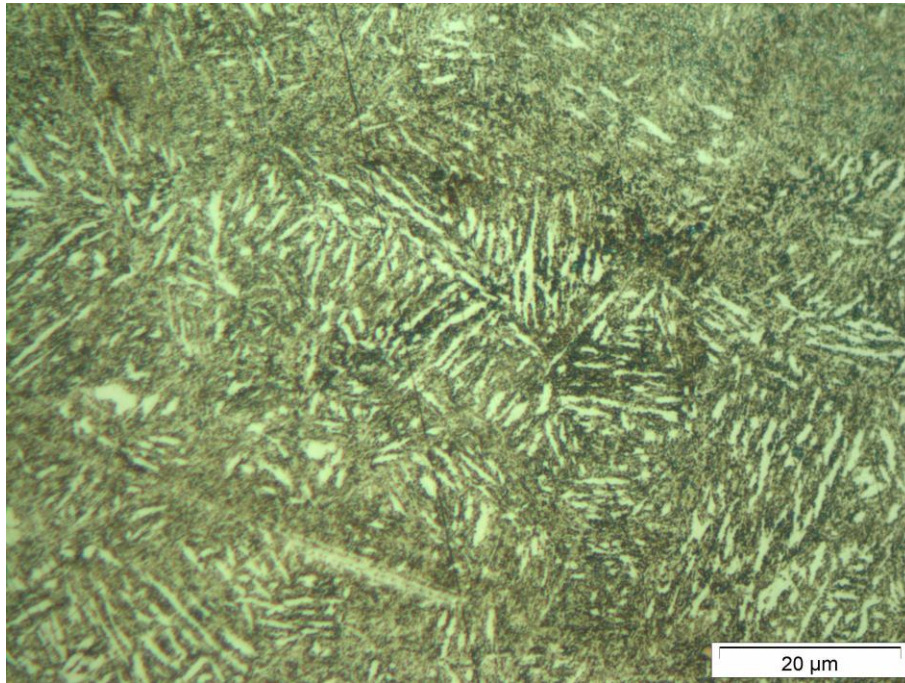


Figura 161: Vista del núcleo del acero F-174 nitrurado tipo N \uparrow T \downarrow , perlita.

La estructura de este acero está formada por perlita gruesa. Se ha obtenido una precipitación de nitruros de hierro desordenada inmediatamente debajo de la superficie, de unas 12 micras de espesor, a la que no se le puede llamar capa blanca. La capa de difusión, determinada visualmente, es de unas 300 micras.

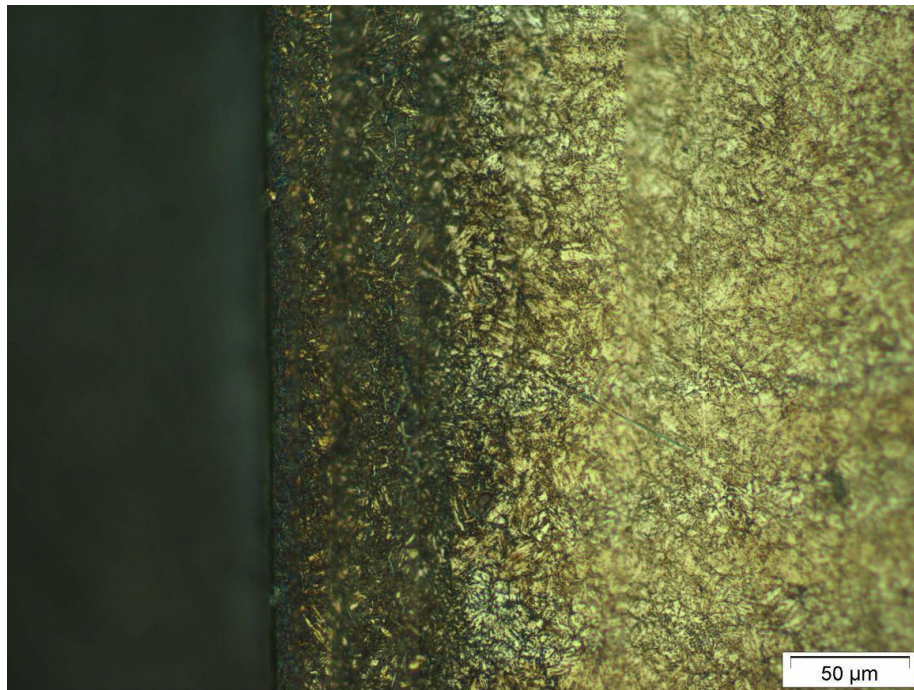


Figura 162: Vista de la superficie del acero 1.2344 nitrurado tipo N t↑T↓

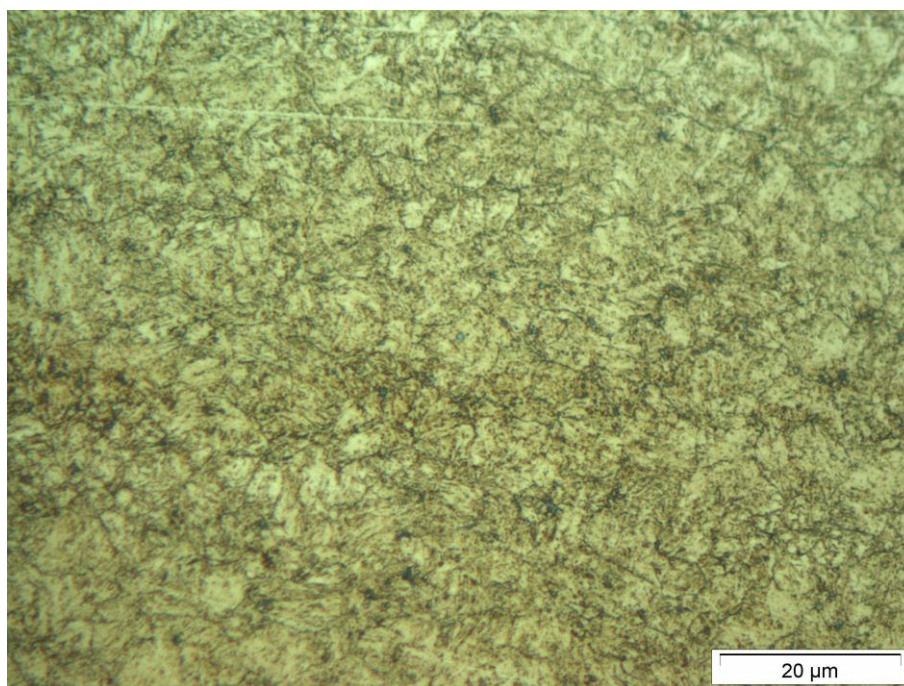


Figura 163: Vista del núcleo del acero 1.2344 nitrurado tipo N t↑T↓,

La estructura de núcleo de este acero parece estar formada por carburos precipitados en matriz de ferrita, aunque no puede asegurarse ya que el reactivo no ha atacado bien el acero. No se ha conseguido capa blanca. La capa de difusión ha sido determinada visualmente en 350 micras, con una zona de transición entre la zona de difusión y el núcleo de 41 micras, aproximadamente.

Sulfinizado S

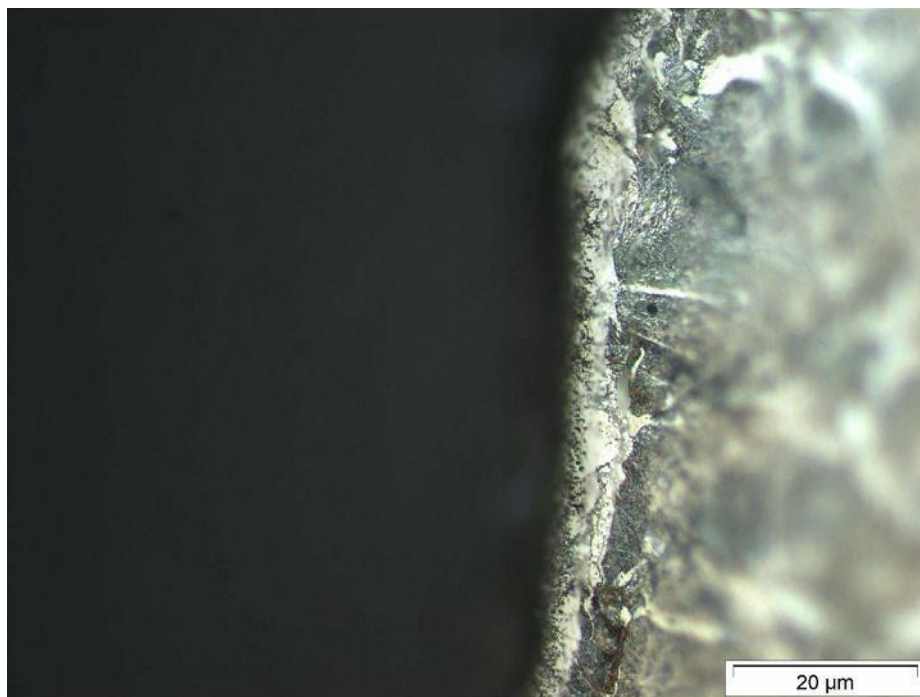


Figura 164: Vista de la superficie del acero F-114 sulfinizado tipo S

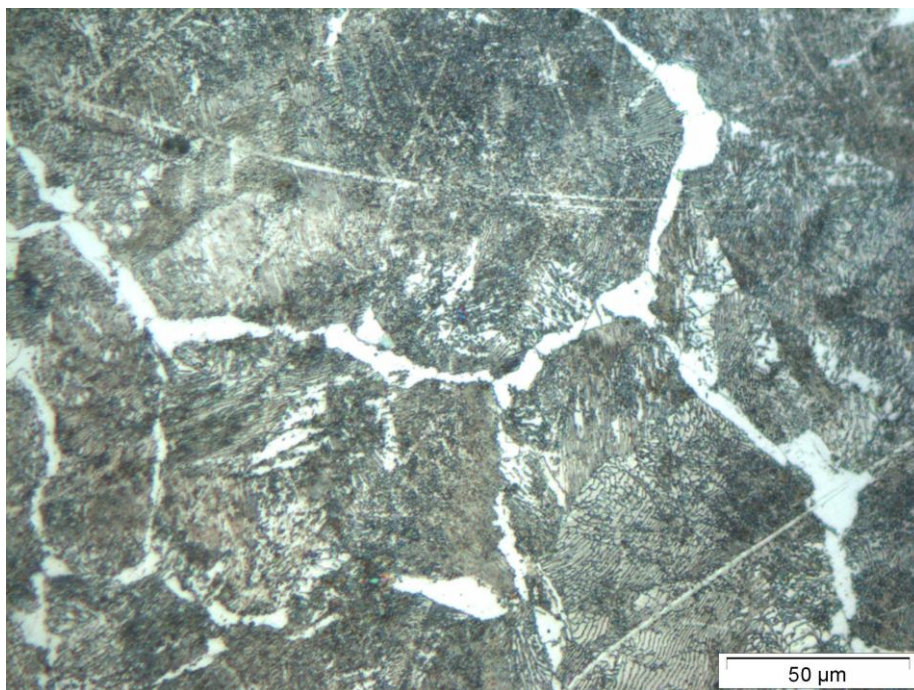


Figura 165: Vista del núcleo del acero F-114 sulfinizado tipo S, ferrita y perlita.

El núcleo de este acero está formado por perlita y ferrita. La capa blanca mide unas 20 micras, y presenta entre 5 y un 10 % de porosidad en su zona más externa. La capa de difusión ha sido determinada visualmente en 200 micras.

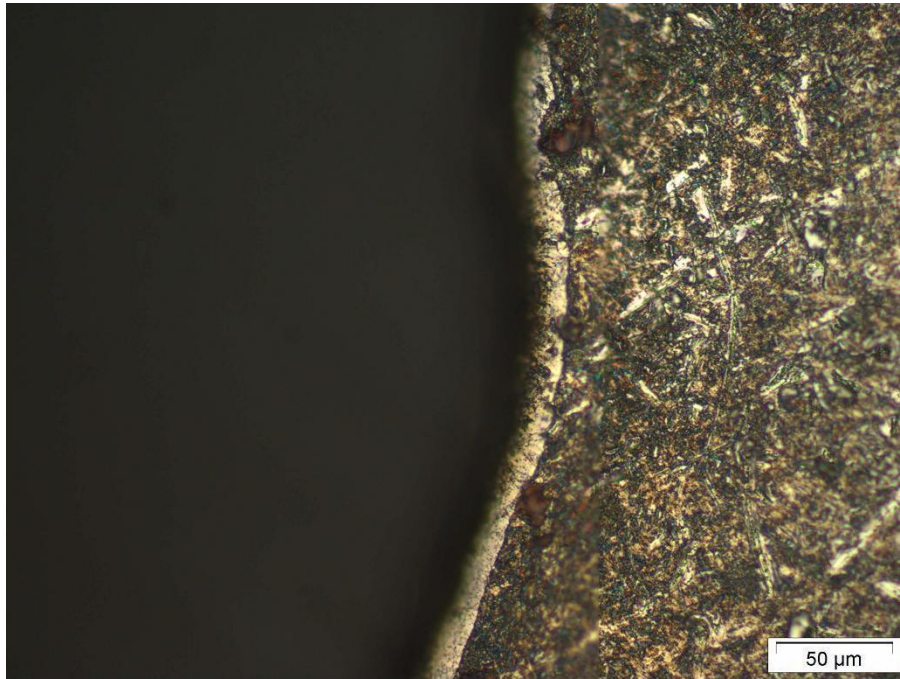


Figura 166: Vista de la superficie del acero F-125 sulfinado tipo S

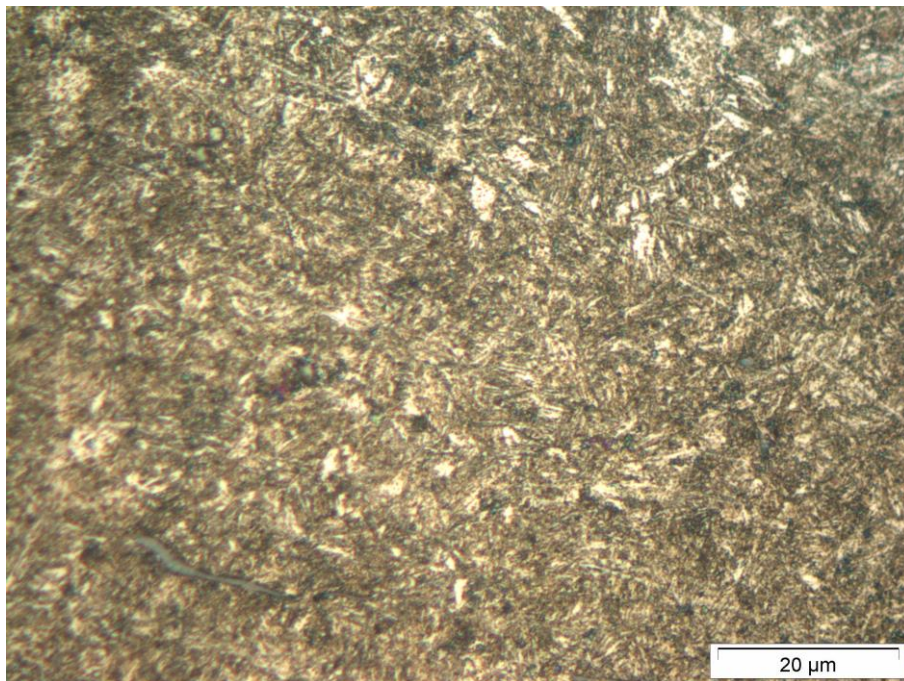


Figura 167: Vista del núcleo del acero F-125 sulfinado tipo S, martensita revenida.

La estructura de núcleo de este acero está formada por martensita revenida. La capa blanca es exterior, con un espesor de 18 micras y un porcentaje de porosidad en la zona más exterior del 5 %. La capa de difusión se ha determinado en 350 micras, siguiendo la norma.

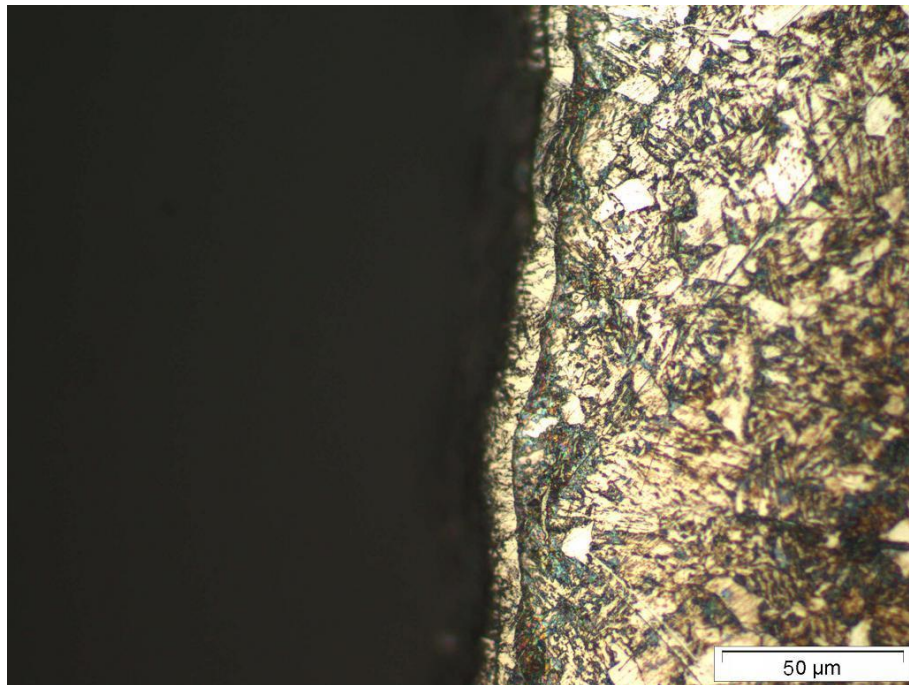


Figura 168: Vista de la superficie del acero F-155 sulfonizado tipo S

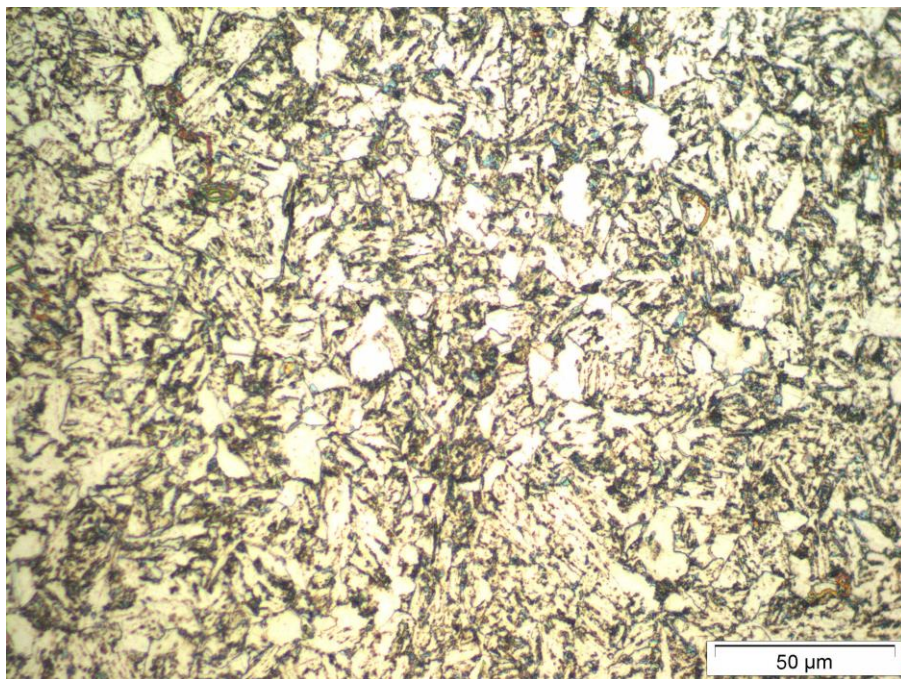


Figura 169: Vista del núcleo del acero F-155 sulfonizado tipo S, ferrita y perlita.

La estructura de núcleo de este acero está formada por perlita y ferrita. Se ha obtenido una capa blanca fragmentada de unas 15 micras de espesor. La capa de difusión tiene 200 micras, aproximadamente.

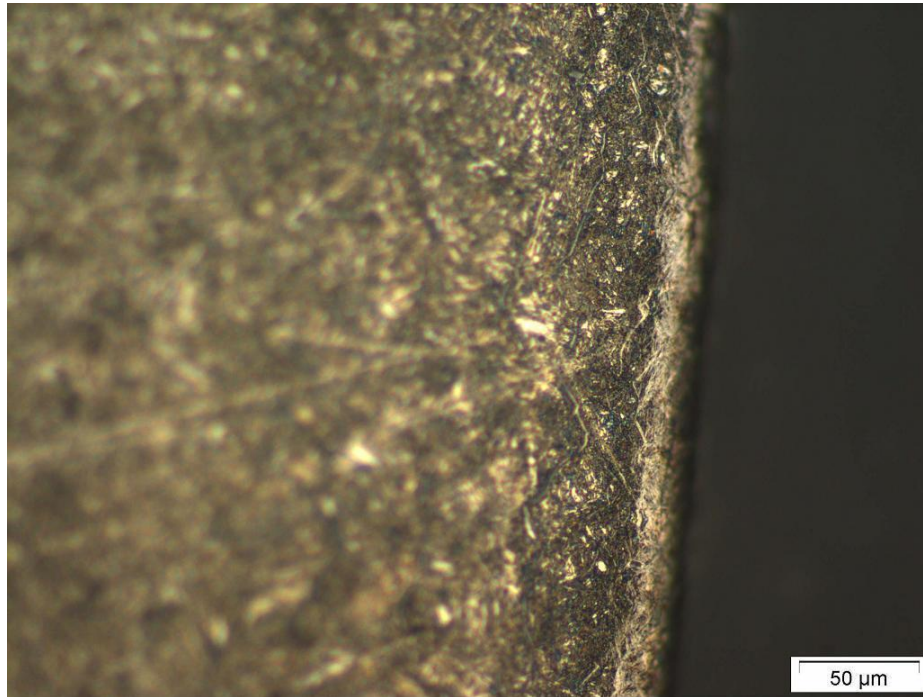


Figura 170: Vista de la superficie del acero F-174 sulfinizado tipo S

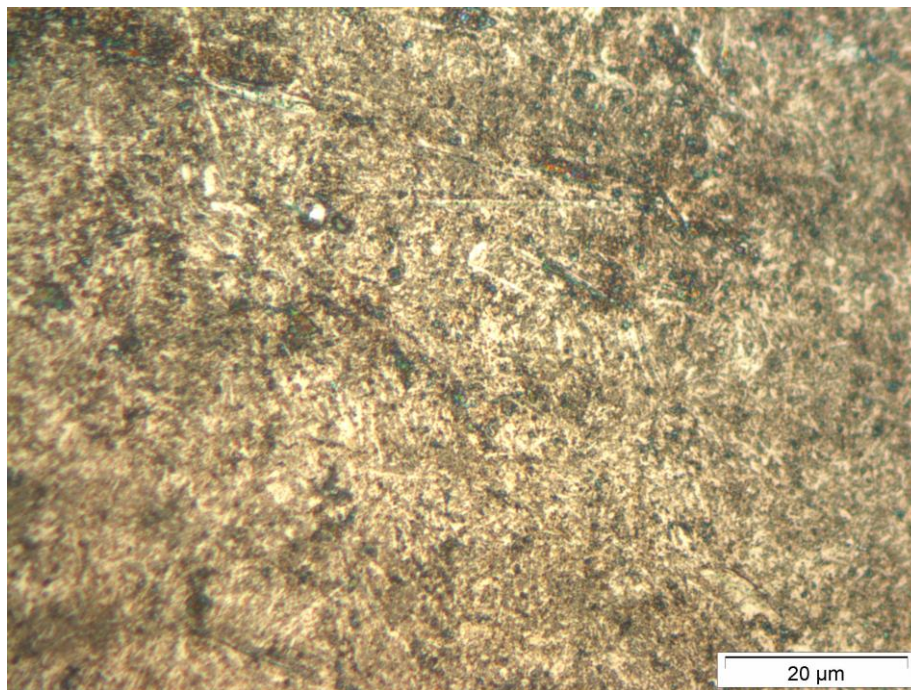


Figura 171: Vista del núcleo del acero F-174 sulfinizado tipo S, martensita.

El núcleo de este acero está formado por martensita y carburos. La capa blanca está formada por finos filamentos de nitruro de hierro, y alcanza las 12 micras de espesor. La capa de difusión tiene un espesor, determinado según norma, de 250 micras.

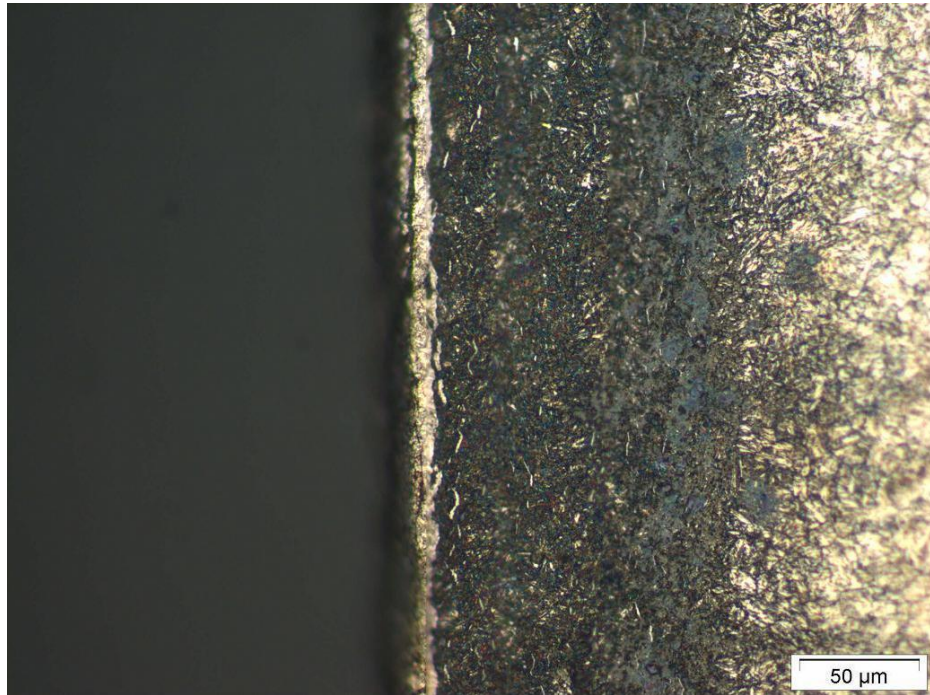


Figura 172: Vista de la superficie del acero 1.2344 sulfinizado tipo S

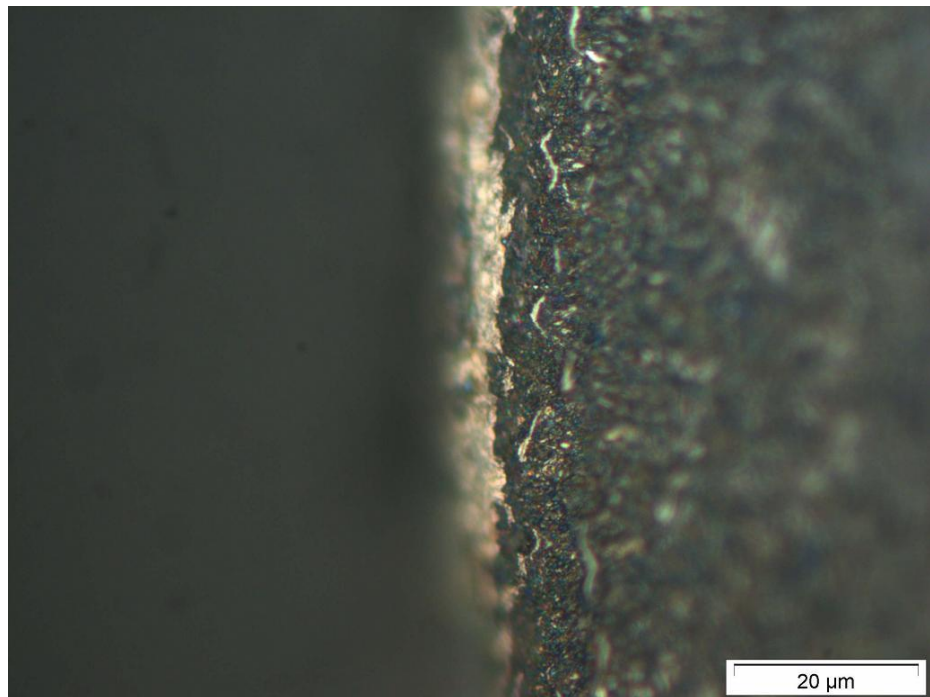


Figura 173: Vista de detalle de la superficie del acero 1.2344 sulfinizado tipo S

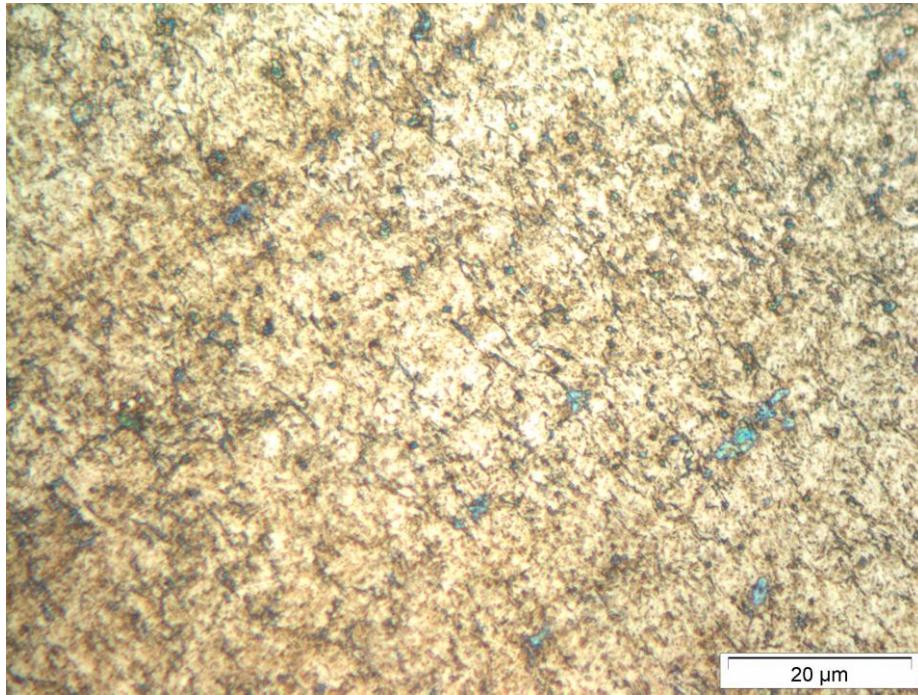


Figura 174: Vista del núcleo del acero 1.2344 sulfinizado tipo S

La estructura de núcleo de este acero está formada por carburos en matriz de ferrita. La capa blanca es muy irregular, con un espesor medio de 10 micras. Tiene cierto grado de porosidad en su zona más externa, de un 10 % aproximadamente. Además se ha formado cabello de ángel al comienzo de la zona de difusión. Esta última zona tiene un espesor aproximado de 160 micras, y una zona de transición de unas 49 micras.

Nitrocarburación NC 2

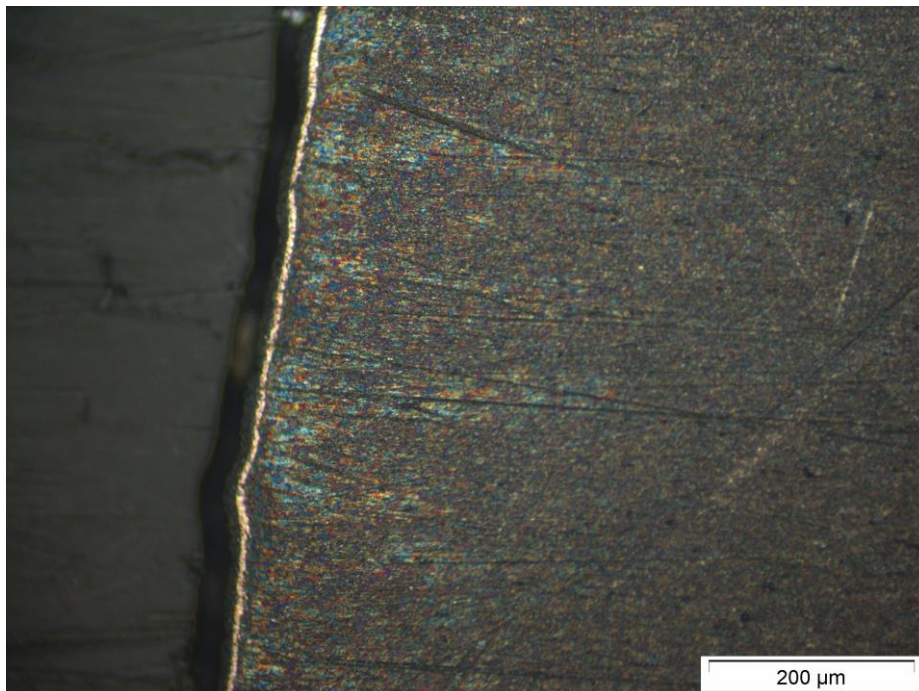


Figura 175: Vista de la superficie del acero F-114 nitrocarburado tipo NC 2

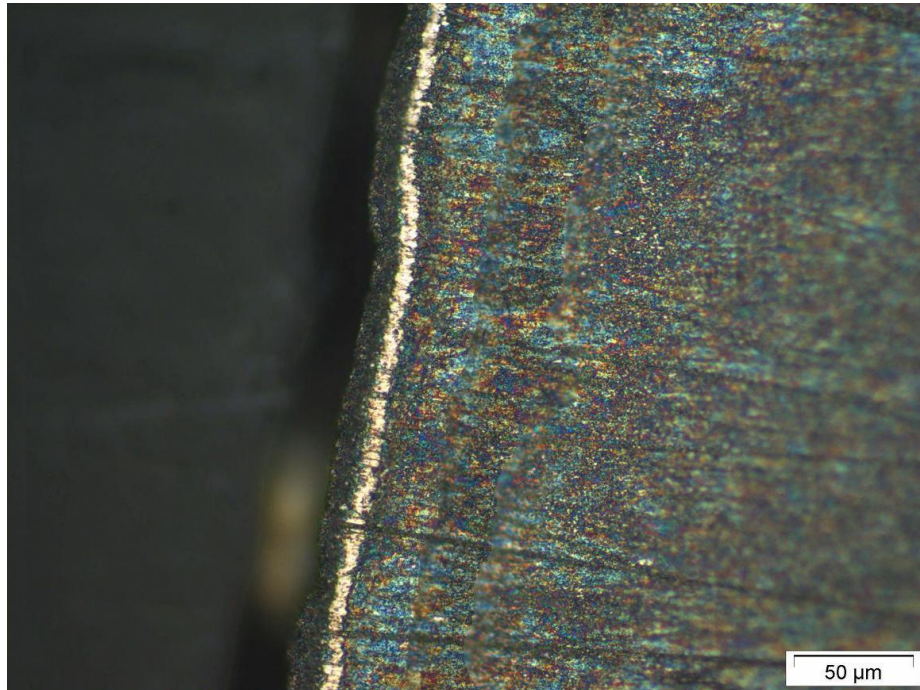


Figura 176: Vista de la superficie del acero F-114 nitrocarburado tipo NC 2

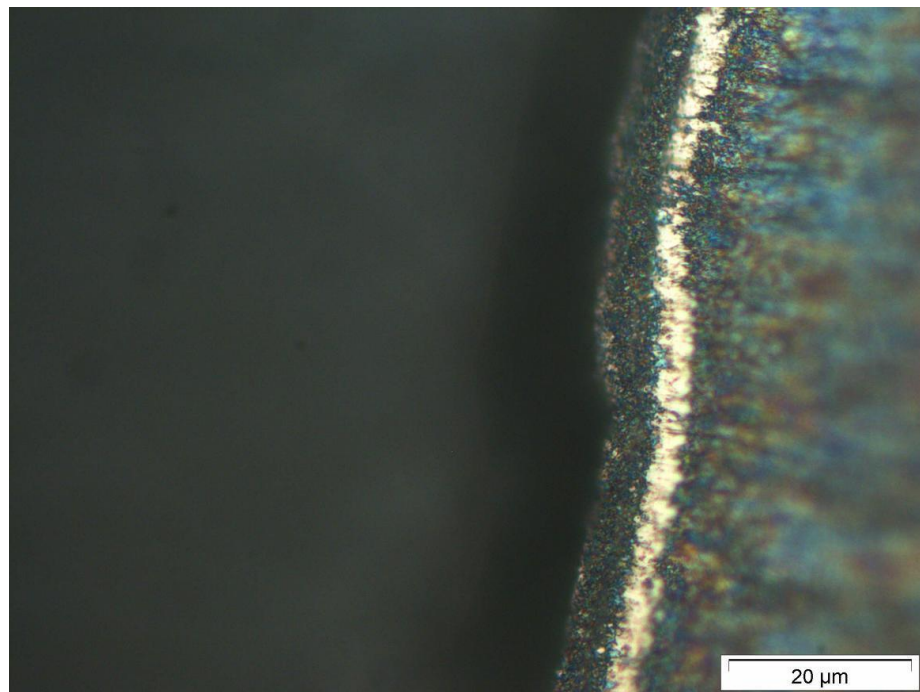


Figura 177: Vista de detalle de la superficie del acero F-114 nitrocarburado tipo NC 2

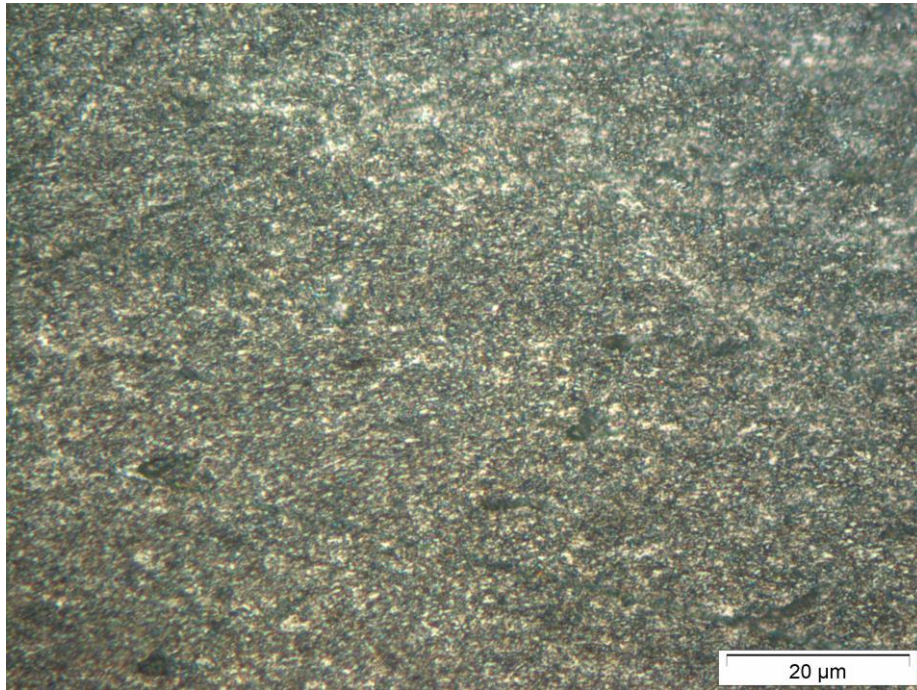


Figura 178: Vista del núcleo del acero F-114 nitrocarburado tipo NC 2

No se ha podido determinar la estructura de núcleo de este acero. Se ha obtenido una capa blanca interior muy tenue, de 5 micras de espesor. La capa de difusión tiene un espesor de 420 micras, determinado según norma.

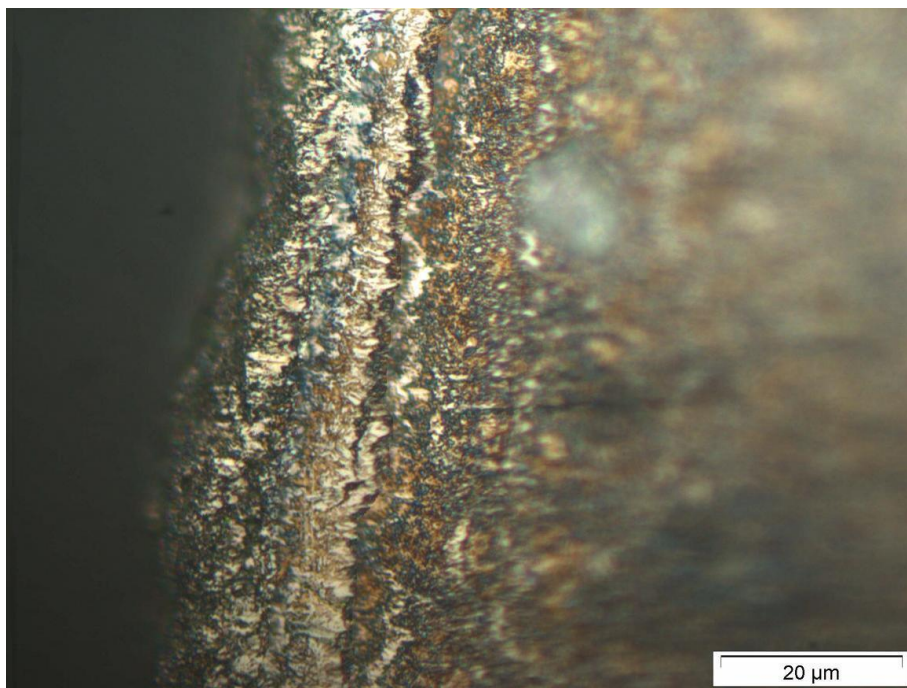


Figura 179: Vista de detalle de la superficie del acero F-125 nitrocarburado tipo NC 2

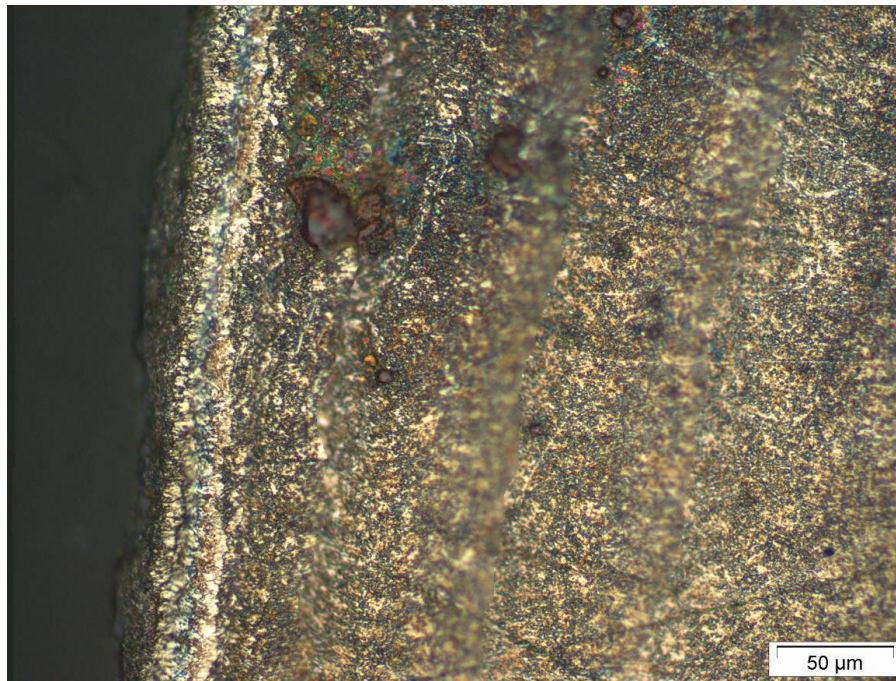


Figura 180: Vista de la superficie del acero F-125 nitrocarburado tipo NC 2

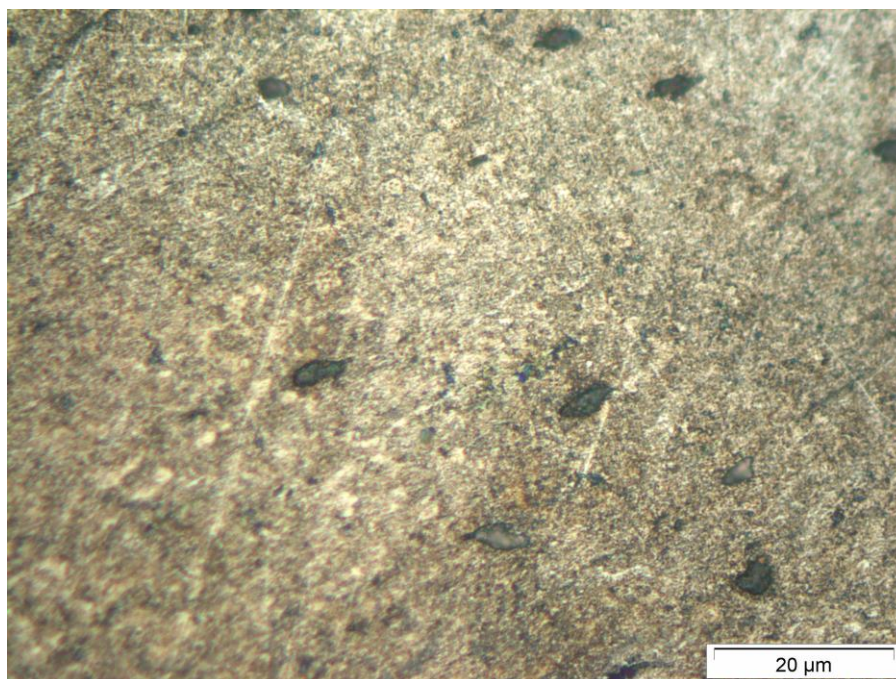


Figura 181: Vista del núcleo del acero F-125 nitrocarburado tipo NC 2

La estructura de núcleo de este acero no ha sido determinada. Se ha formado una capa blanca muy fragmentada en la que pueden diferenciarse varias zonas. Alcanza un espesor máximo de 35 ó 40 micras. La capa de difusión, determinada según norma, tiene un espesor de 250 micras.

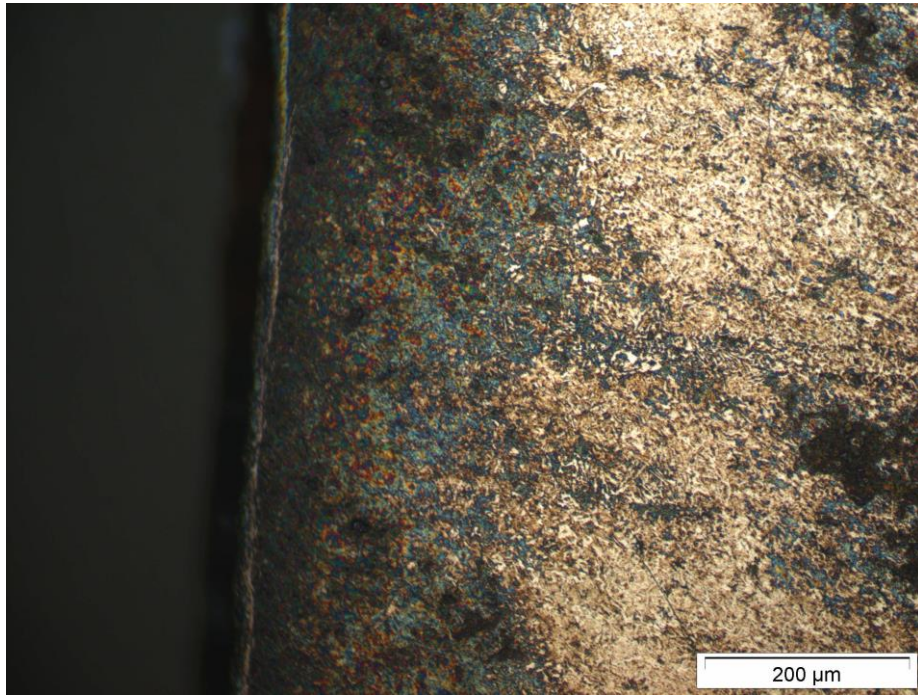


Figura 182: Vista de la superficie del acero F-155 nitrocarburado tipo NC 2

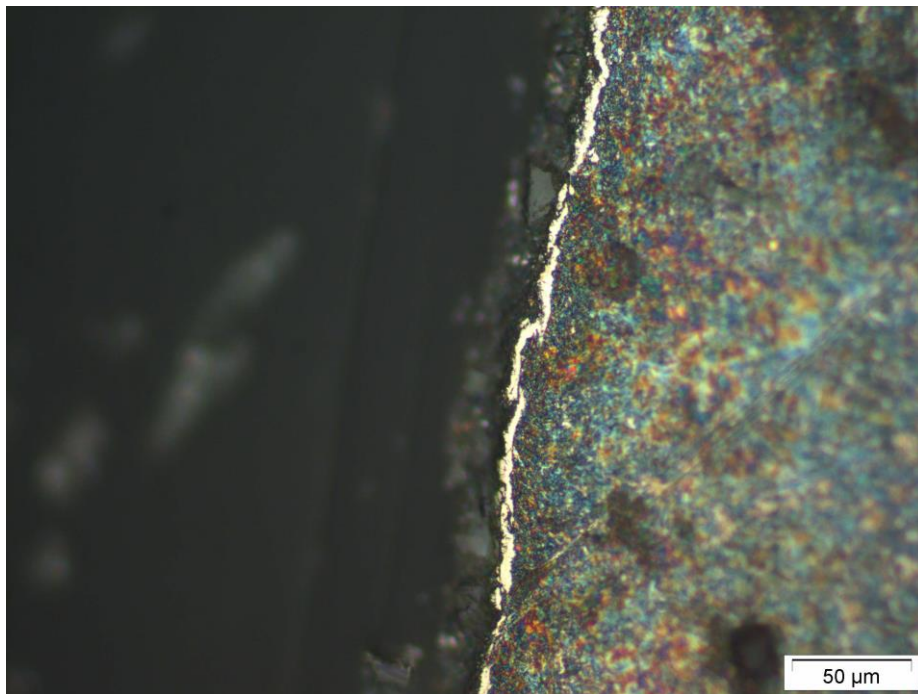


Figura 183: Vista de la superficie del acero F-155 nitrocarburado tipo NC 2

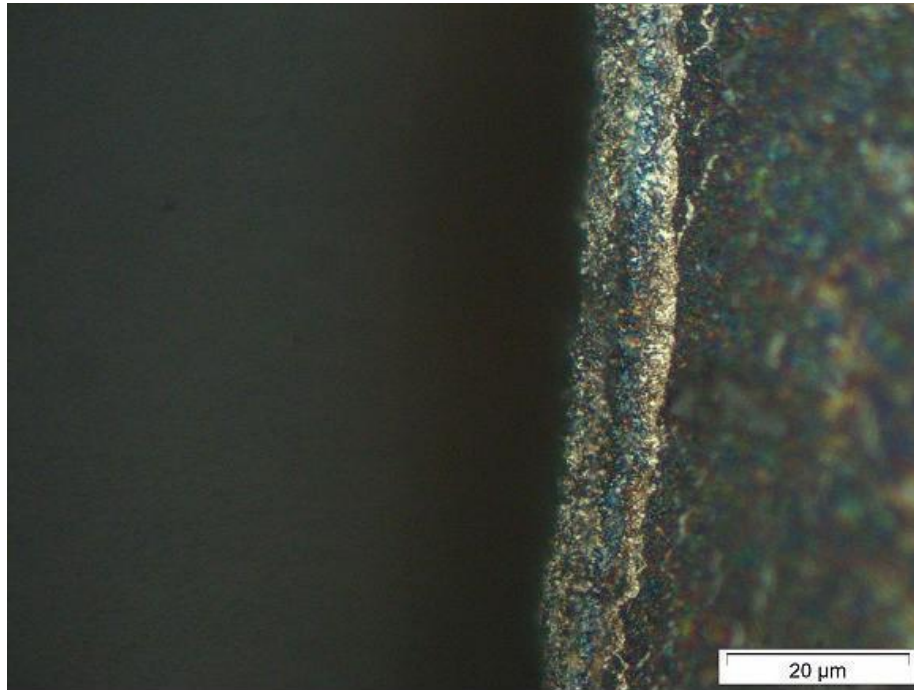


Figura 184: Vista de detalle de la superficie del acero F-155 nitrocarburo tipo NC 2

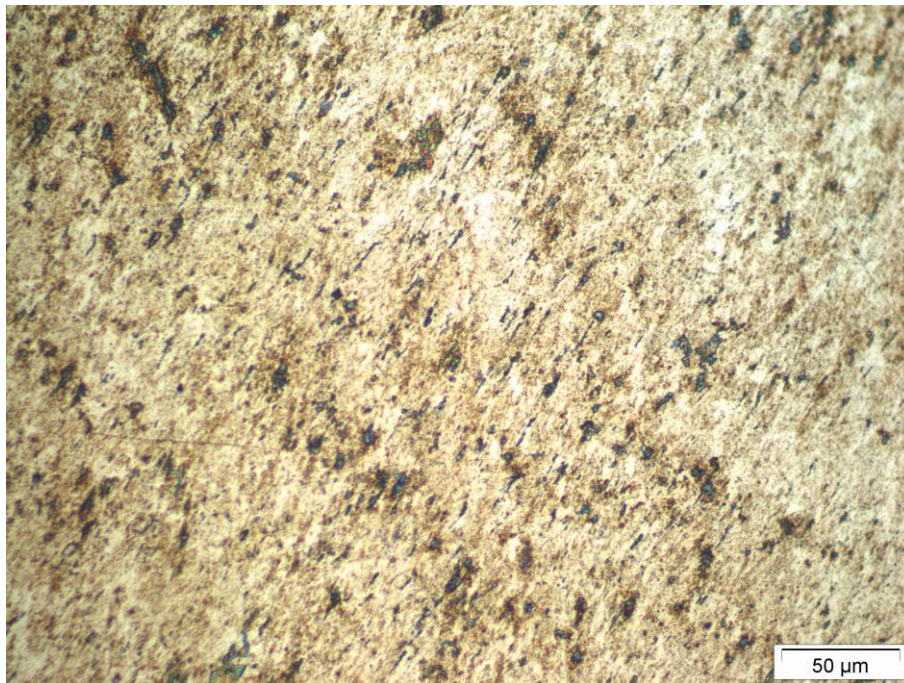


Figura 185: Vista del núcleo del acero F-155 nitrocarburo tipo NC 2

La estructura de núcleo de este acero está formada por precipitados de carburos en matriz de ferrita. La capa blanca es irregular y está formada por pequeños nitruros de hierro, entre los que se han formado algunos nitruros de otros elementos. La capa de difusión tiene un espesor de unas 215 micras, aproximadamente.

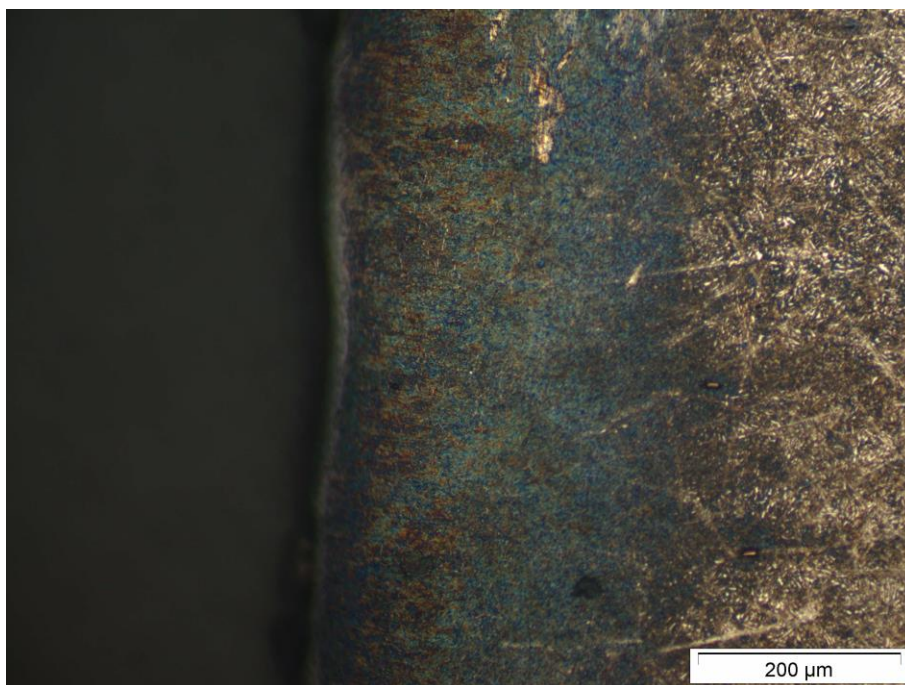


Figura 186: Vista de la superficie del acero F-174 nitrocarburado tipo NC 2

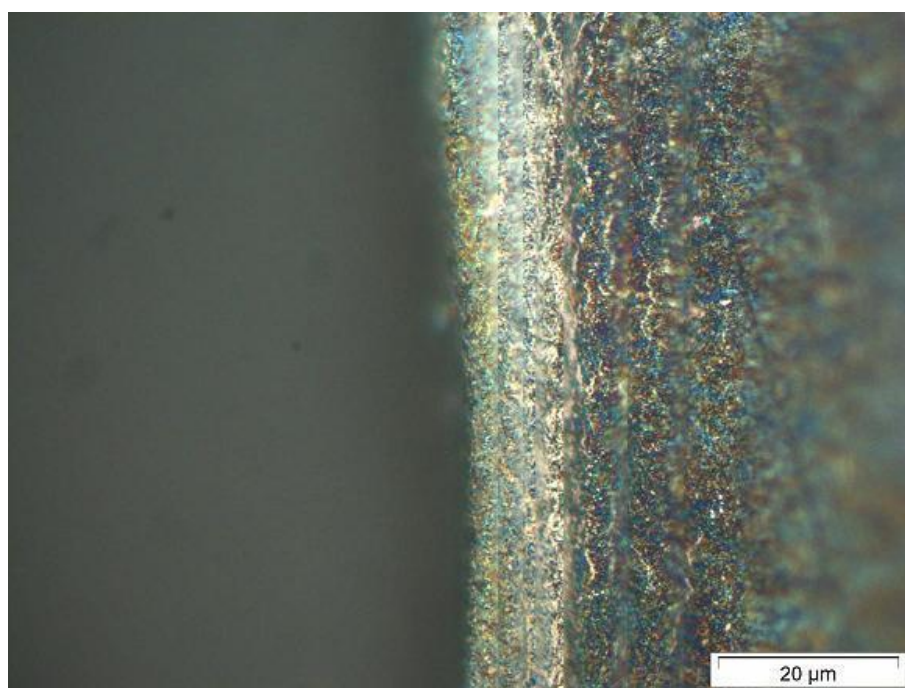


Figura 187: Vista de detalle de la superficie del acero F-174 nitrocarburado tipo NC 2

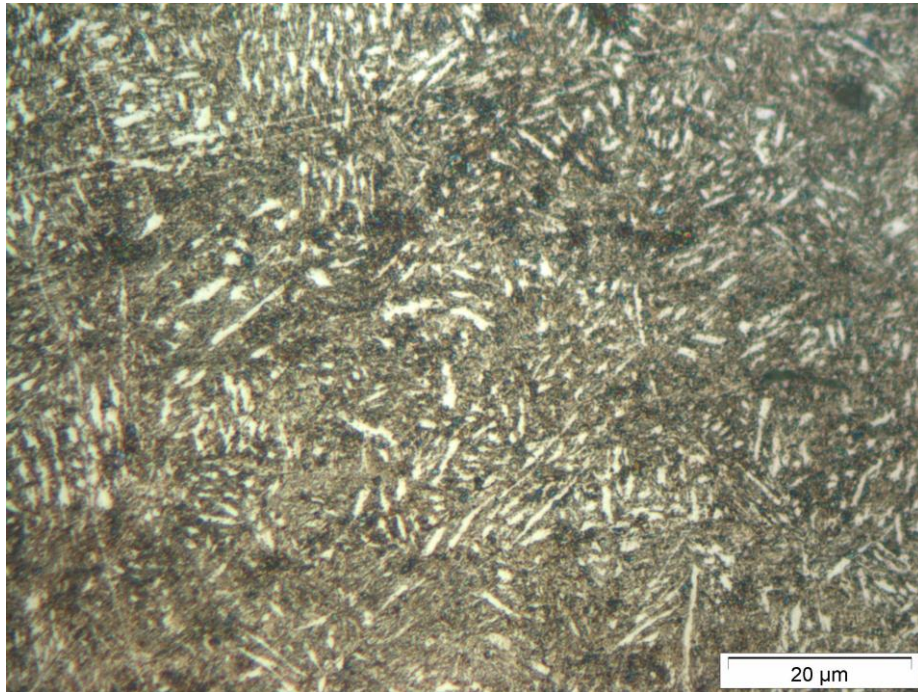


Figura 188: Vista del núcleo del acero F-174 nitrocarburado tipo NC 2

La estructura de núcleo de este acero está formada por perlita gruesa. En la superficie se ha conseguido una zona exterior formada por filamentos de nitruro de hierro entremezclados con multitud de otros nitruros y carburos, por lo que no puede considerarse capa blanca. Ha aparecido cabello de ángel en la zona exterior de la zona de difusión, que tiene un espesor de 315 micras, aproximadamente.

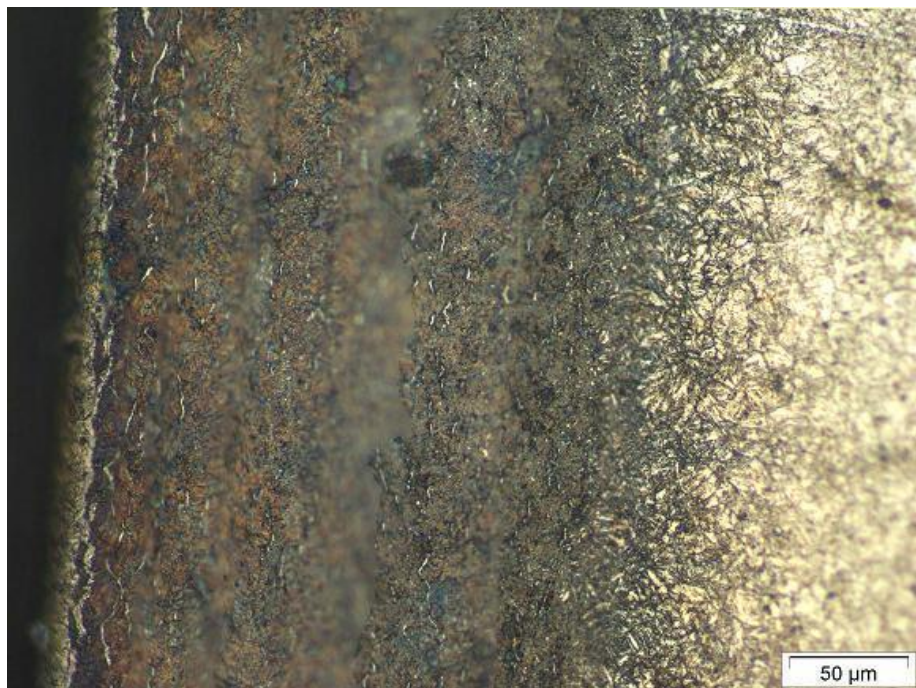


Figura 189: Vista de la superficie del acero 1.2344 nitrocarburado tipo NC 2

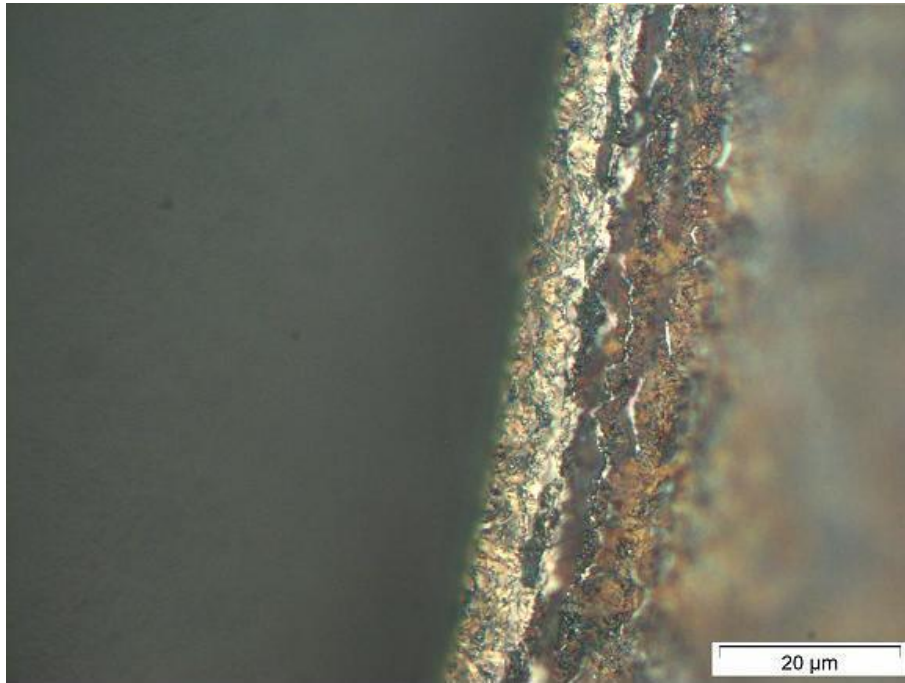


Figura 190: Vista de detalle de la superficie del acero 1.2344 nitrocarburado tipo NC 2

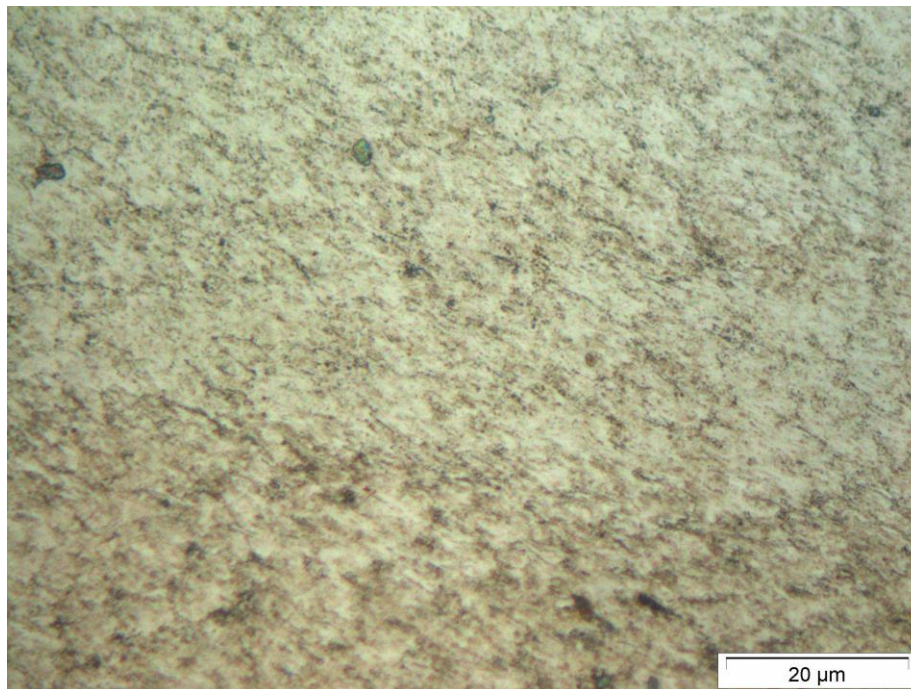


Figura 191: Vista del núcleo del acero 1.2344 nitrocarburado tipo NC 2

La estructura de núcleo de este acero no puede determinarse ya que el reactivo no ha atacado adecuadamente el acero. Se ha obtenido una capa blanca fragmentada, de unas 12 micras de espesor. Han precipitado también nitruros de hierro en el interior de la zona de difusión (cabello de ángel). Esta zona ha obtenido un espesor de 200 micras, aproximadamente.

Carbonitruración

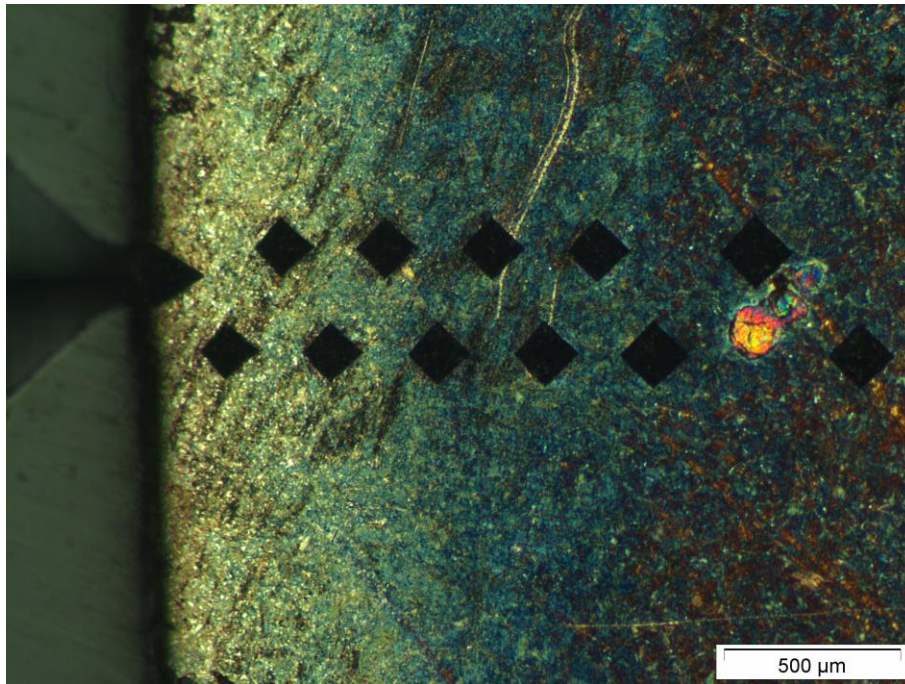


Figura 192: Huellas dejadas tras el ensayo de microdureza Vickers en el acero F-114 carbonitrurado

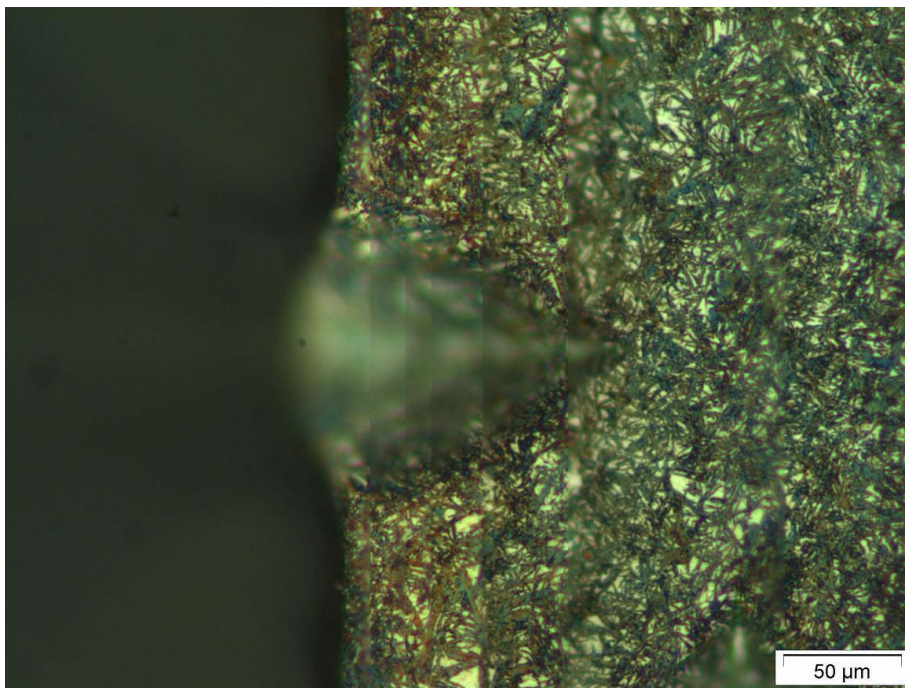


Figura 193: Vista de la superficie del acero F-114 carbonitrurado

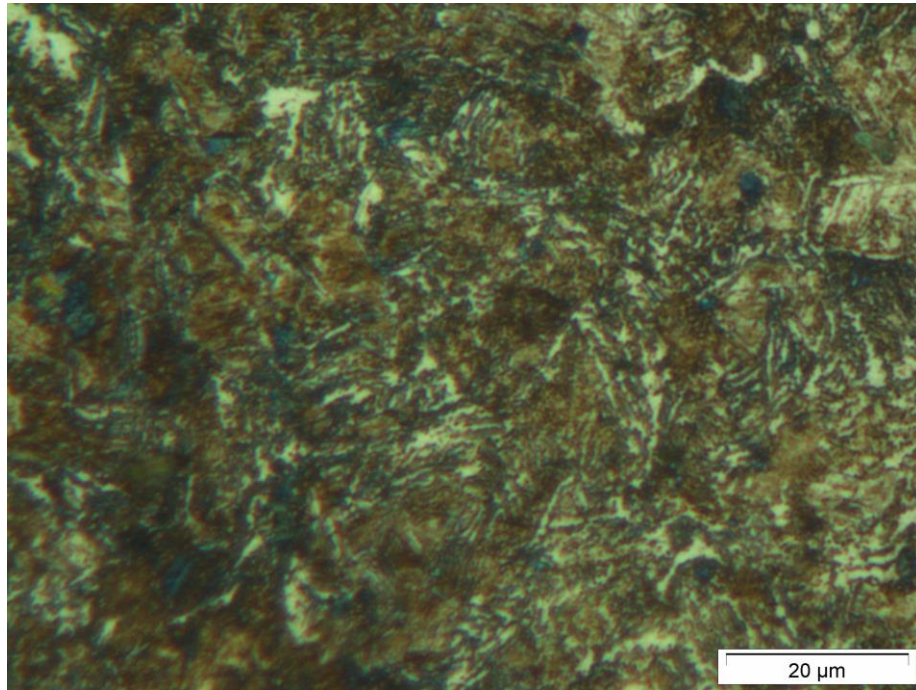


Figura 194: Vista del núcleo del acero F-114 carbonitrurado.

La carbonitruración no será incluida en las tablas.

Capítulo 6

Resumen, conclusiones y recomendaciones

6.1. Resumen

A continuación se resumen las profundidades de capa, así como sus características más destacadas, en la siguiente tabla:

Acero	Tratamiento	Capa blanca [μm]	Capa de difusión [μm]	Capa de transición [μm]	Cabello de ángel	Porosidad (%)
1.2344 F-174 F-155 F-125 F-114	NC Sin P.Ox.					
		10	110	25	si?	30 20 10
		10	200 +		si?	
		12	260 +			
		20	300 +			
		30	320 +			
1.2344 F-174 F-155 F-125 F-114	NC 1 P.Ox.					
		12	140	41	si	40 quebradizo
		12	200			
		12 interior	280 +			
		13 interior a intervalos	250			
		30 interior	240 +			
1.2344 F-174 F-155 F-125 F-114	N t↑T↓					
		no	350	41		
		no (12 zona interior blanquecina)	300			
		3 interior muy tenue	270 +			
		no	?			
		6 interior muy tenue	200			
1.2344 F-174 F-155 F-125 F-114	S					
		10 (no continua)	160 +	49	si	10 ? 5 5
		12 (filamentos)	250 +			
		15 (fragmentos)	200			
		18	350 +			
		20	?			
1.2344 F-174 F-155 F-125 F-114	NC 2					
		12	200		si si	
		no (17 zona blanquecina)	315			
		23 (irregular)	215			
		no 35 (fragmentos)	250 +			
		5 interior tenue	420 +			

Tabla 5: Resumen de características de capa

- **Interior:** La capa blanca no está en la superficie de la pieza, sino que se encuentra aproximadamente 10 micras hacia el interior.
- **A intervalos:** De espesor variable. Puede haber zonas donde la capa blanca desaparece por completo.
- **Tenue:** Capa blanca muy fina y estructuralmente débil.
- **Blanquecina:** No se considera capa blanca ya que está formada por nitruros de hierro que no forman una capa compacta.
- **Fragmentos:** No se considera capa blanca ya que los nitruros no forman una capa compacta.
- **Norma:** La profundidad de la capa de difusión se ha obtenido sumando 50 HV a la dureza de núcleo, y midiendo desde ese punto hasta el comienzo de la capa blanca, según norma.

6.2. Conclusiones

La nitruración se realiza a temperatura más baja que la eutectoide (590 °C), por lo que la capa está formada por las fases ϵ , γ' y α . La capa blanca puede estar formada por nitruros ϵ , por nitruros γ' o por una mezcla de ambos. Si se realiza una nitruración por encima de los 590 °C se forma braunita. Esto debe evitarse ya que este constituyente es extremadamente frágil y no tiene aplicación industrial.

Se obtienen mejores resultados nitrurando aceros aleados con los elementos cromo, aluminio, vanadio y molibdeno que con los aceros al carbono. Esto se debe a que estos elementos, a las temperaturas de nitruración, forman nitruros termodinámicamente estables. Estos nitruros deforman la red cristalina del acero, lo que confiere una elevada dureza superficial, mayor resistencia a la fatiga y una mejor resistencia al desgaste. Si además se consigue formar una capa de compuestos puede mejorar la resistencia a la corrosión. Cabe destacar que conviene que esta capa de compuestos tenga cierta porosidad. Esta característica hará que al aplicar un sellante éste se adhiera más eficazmente. De esta manera se puede conseguir una resistencia a la corrosión excepcional. En el caso de la nitrocarburation también puede conseguirse un aumento de la resistencia a la corrosión creando una fina capa de magnetita sobre la capa nitrocarburada.

Como norma general los aceros a nitrurar deberán ser templados y revenidos previamente. Si se desea que las propiedades obtenidas en el núcleo tras el tratamiento de temple y revenido no queden afectadas, éste último deberá realizarse a temperatura superior a la del tratamiento de nitrurado, como mínimo a 30 °C por encima. De lo contrario el tratamiento de nitruración influirá en la dureza y resistencia de núcleo, quedando ambas reducidas al finalizar el proceso.

El proceso de nitruración gaseosa puede ser realizado siguiendo un ciclo de etapa simple o un ciclo de doble etapa, también llamado proceso *Floe*. Utilizando el

primer proceso se obtiene una capa blanca compacta y bien definida. Utilizando el proceso *Floe* queda eliminada la capa blanca, obteniendo en su lugar una capa de nitruros fragmentada. La diferencia entre ambos procesos radica principalmente en las tasas de disociación de amoníaco: en la segunda etapa del proceso *Floe* esta tasa se incrementa hasta el 75 %, quedando reducida al 25 % en las demás etapas.

Incrementando la temperatura de nitruración (sin llegar a los 590 °C) se reduce la dureza de capa, se incrementa la profundidad de capa y en algunos casos puede descender la dureza de núcleo, dependiendo de la temperatura de revenido que se haya utilizado.

El grado de distorsión como consecuencia de nitrurar una pieza es pequeño comparado con la distorsión que sufren las piezas sometidas a otro proceso de endurecimiento superficial, que requieren un temple para formar martensita.

El proceso de post-oxidación ha resultado determinante en los ensayos de resistencia a la corrosión en niebla salina. Las piezas nitrocarburadas y post-oxidadas han resistido mucho mejor a la atmósfera oxidante que las piezas nitrocarburadas que carecían de la capa protectora de magnetita.

El tratamiento de sulfinizado SurSulf ha resultado un buen tratamiento de cara a la resistencia a la oxidación. Sin embargo no ha estado a la altura de las expectativas en los ensayos de fricción de tipo *Pin-on-Disk*.

Ha quedado demostrado que determinados aceros, como el 1.2344, obtienen unas propiedades de dureza superficial, profundidad de capa y resistencia a la fricción óptima con sólo someterlos a una nitrocarburación estándar, sin necesidad de un temple y un revenido previo. Al no someterlo a estos tratamientos previos el acero obtiene una dureza de núcleo inferior a las piezas que sí han sido templadas y revenidas.

La formación de poros en la capa blanca ha resultado ser consecuencia de una saturación de nitrógeno atómico en dicha capa. A determinada temperatura puede producirse una descomposición de algunos nitruros, quedando libre el nitrógeno atómico. Este nitrógeno atómico se combina entre sí formando nitrógeno molecular, que se acumula en forma de pequeñas burbujitas. Estas burbujas son los poros. Si esta reacción continúa y se eleva la temperatura a 850 °C, los poros terminan uniéndose, formándose canales por los que el nitrógeno molecular puede escapar de la superficie del acero. Existe un punto en el que la pérdida de nitrógeno ocasionada por este fenómeno iguala la tasa de difusión de nitrógeno hacia el interior del acero, debida a la disociación del amoníaco.

6.3. Recomendaciones

Para futuros trabajos de investigación que traten sobre los tratamientos de nitruración y nitrocarburación se recomienda:

- Limitarse a realizar diferentes tipos de nitruración o nitrocarburación sobre un solo tipo de acero, variando únicamente la temperatura (temperatura máxima y tiempo

mínimo, temperatura máxima y tiempo máximo, temperatura mínima y tiempo máximo y temperatura mínima y tiempo mínimo). De esta forma se reducen las variables, siendo más fiables las conclusiones obtenidas tras comparar las propiedades obtenidas por el acero.

- Puede optarse también por limitarse a comparar propiedades entre diferentes aceros, todos ellos sometidos a un solo tipo de nitruración o nitrocarburation.

- Si lo que se pretende es averiguar la influencia exacta de la tasa de disociación en las características de capa del acero, se recomienda realizar los experimentos con un solo tipo de acero. Se pueden variar las tasas desde el 5 - 10 % hasta el 85 – 90 % de disociación. Si se llega a este extremo el uso de un disociador de amoníaco externo facilita la tarea.

- Es muy interesante averiguar qué tipo de nitruro de hierro forma la capa de compuestos ya que, como ha quedado claro, ésta puede estar formada por dos tipos de nitruro de hierro de propiedades muy diferentes entre sí. La difracción de rayos X sobre la capa de compuestos puede revelar este dato.

- No sólo son importantes las propiedades de capa del acero nitrurado o nitrocarburation; lo son de igual manera las propiedades del núcleo. Para futuros trabajos se recomienda realizar ensayos de tracción para determinar la resistencia mecánica del acero del núcleo.

- Sería muy interesante realizar más ensayos con aceros nitrocarburationados sin el temple y revenido previos, hasta encontrar el ciclo perfecto que deje unas propiedades de núcleo mínimas capaces de soportar pequeños esfuerzos, y una capa nitrocarburationada dura y resistente. Obviamente la selección de aceros aquí es crucial. Los aceros elegidos deberían tener un contenido en cromo medio – alto.

Anexo de durezas

Tablas de durezas correspondientes al Capítulo 9

1.2344 SurSulf	Profundidad (mm)	Dureza (HV)	1.2344 T+R+Nitroc. NC 1	Profundidad (mm)	Dureza (HV)
	0,01	954		0,03	1163
	0,06	892		0,08	864
	0,11	783		0,13	854
	0,16	613		0,18	644
	0,21	563		0,23	594
	0,26	559		0,28	567
	0,31	555		0,33	547
	2	551		0,38	547
				2	496
F-174 SurSulf	Profundidad (mm)	Dureza (HV)	F-174 T+R+Nitroc. NC 1	Profundidad (mm)	Dureza (HV)
	0,03	954		0,01	912
	0,08	912		0,06	660
	0,13	803		0,11	603
	0,18	655		0,16	455
	0,23	513		0,21	394
	0,28	466		0,26	392
	0,33	439		0,31	390
	2	384		0,36	384
				2	384
F-125 SurSulf	Profundidad (mm)	Dureza (HV)	F-125 T+R+Nitroc. NC 1	Profundidad (mm)	Dureza (HV)
	0,05	715		0,01	678
	0,1	594		0,06	678
	0,15	589		0,11	628
	0,2	496		0,16	535
	0,25	442		0,21	500
	0,3	424		0,26	404
	0,35	383		0,31	360
	0,4	343		0,36	351
	2	323		2	351
F-155 SurSulf	Profundidad (mm)	Dureza (HV)	F-155 T+R+Nitroc. NC 1	Profundidad (mm)	Dureza (HV)
	0,05	618		0,02	572
	0,1	517		0,07	481
	0,15	513		0,12	466
	0,2	513		0,17	466
	0,25	513		0,22	411
	0,3	411		0,27	404
	0,35	381		0,32	358
	0,4	329		0,37	355
	0,45	300		2	340
	2	300			

F-114 SurSulf	Profundidad (mm)	Dureza (HV)	F-114 T+R+Nitroc. NC 1	Profundidad (mm)	Dureza (HV)
	0,03	666		0,03	530
	0,08	531		0,08	417
	0,13	466		0,13	394
	0,18	455		0,18	394
	0,23	427		0,23	394
	0,28	404		0,28	330
	0,33	400		0,33	330
	0,38	384		2	330
	2	317			
1.2344 T+R+Nitru.N t↑T↓	Profundidad (mm)	Dureza (HV)	1.2344 T+R+Nitroc.NC 2	Profundidad (mm)	Dureza (HV)
	0,01	1133		0,04	892
	0,03	1133		0,09	795
	0,08	600		0,14	630
	0,13	594		0,19	442
	0,18	594		0,24	402
	0,23	555		0,34	394
	0,28	539		0,49	373
	0,33	502		2	373
	2	415			
F-174 T+R+Nitru.N t↑T↓	Profundidad (mm)	Dureza (HV)	F-174 T+R+Nitroc.NC 2	Profundidad (mm)	Dureza (HV)
	0,04	811		0,01	825
	0,07	672		0,06	563
	0,12	594		0,11	512
	0,17	510		0,21	436
	0,22	460		0,31	424
	0,27	439		0,41	343
	0,32	375		0,51	323
	0,37	358		2	300
	2	358			
F-125 T+R+Nitru.N t↑T↓	Profundidad (mm)	Dureza (HV)	F-125 T+R+Nitroc.NC 2	Profundidad (mm)	Dureza (HV)
	672	802		0,02	487
	503	633		0,07	452
	444	574		0,17	375
	439	569		0,32	343
	394	524		0,37	336
	384	514		0,52	306
	365	495		2	306
	365	495			
	273	403			
F-155 T+R+Nitru.N t↑T↓	Profundidad (mm)	Dureza (HV)	F-155 T+R+Nitroc.NC 2	Profundidad (mm)	Dureza (HV)
	0,03	787		0,02	551
	0,07	736		0,07	452
	0,12	567		0,12	419
	0,17	390		0,17	409
	0,22	490		0,22	408
	0,27	470		0,27	405
	0,32	394		0,32	379
	0,37	355		0,37	373
	2	330		0,42	372
				0,47	372
				0,57	323
				2	306

F-114 T+R+Nitru.N t↑T↓	Profundidad (mm)	Dureza (HV)	F-114 T+R+Nitroc.NC 2	Profundidad (mm)	Dureza (HV)
	0,02	506		0,02	452
	0,07	496		0,07	439
	0,12	460		0,12	434
	0,17	444		0,17	429
	0,22	439		0,22	423
	0,27	420		0,27	386
	0,32	384		0,32	380
	0,37	373		0,37	375
	0,42	370		0,42	375
	0,47	330		0,,47	320
	2	310		0,57	320
				2	320
F-155 Cement.+T+R	Profundidad (mm)	Dureza (HV)	1.2344 Nitroc.NC Sin	Profundidad (mm)	Dureza (HV)
	0,02	686		0,01	1148
	0,07	686		0,03	1012
	0,12	613		0,08	466
	0,17	613		0,13	379
	0,22	613		0,18	377
	0,32	600		0,23	351
	0,42	515		0,28	351
	0,52	396		0,33	343
	5	222		2	329
			F-174 Nitroc.NC Sin	Profundidad (mm)	Dureza (HV)
				0,01	772
				0,03	672
				0,08	628
				0,13	594
				0,18	452
				0,23	388
				0,28	384
				0,33	375
				2	358
			F-125 Nitroc.Nc Sin	Profundidad (mm)	Dureza (HV)
				0,01	672
				0,03	672
				0,08	594
				0,13	551
				0,18	539
				0,23	484
				0,28	481
				0,33	404
				2	398
			F-125 Nitroc.NC Sin	Profundidad (mm)	Dureza (HV)
				0,01	772
				0,03	764
				0,08	678
				0,13	572
				0,18	531
				0,23	531
				0,28	394
				0,33	381
				2	366

F-114 Nitroc.NC Sin	Profundidad (mm)	Dureza (HV)
	0,01	638
	0,03	531
	0,08	524
	0,13	506
	0,18	496
	0,23	469
	0,28	452
	0,33	439
	2	394

Tabla 5: Durezas de capa

Bibliografía

- 1.- Latjin Yu M., (1987), “Tratamiento Térmico de los Metales”, Ed. MIR, Moscú.
- 2.- Apraiz Barreira J., (2002), “Tratamiento térmico de los aceros”, Ed. DOSSAT-2000, España.
- 3.- Molera Solà P., (1991), “Tratamientos térmicos de los metales”, Ed. Marcombo.
- 4.- Apuntes asignatura “Materiales Industriales” de 2º ITI Mecánica, UC3M
- 5.- Jürgen Grabke H., (2004), “Supersaturation of iron with nitrogen, hydrogen or carbon and the consequences”, *Materiales in Technology* 38
- 6.- Baranowska J., Wysiecki M., (2000), “Influence of surface pre-treatment on case formation during gaseous nitriding”, *Surface and Coating Technology* 125, 30-34
- 7.- Apuntes “Nitruración”, TRATERH
- 8.- ASM Handbook, (1991), “Heat Treatment”, Volume 4, Ed. A.S.M.

